

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITE DE NANCY
COLLECTION DES THESES DE LA FACULTE DES SCIENCES
PHYSIQUE

THESES

PRESENTEES A LA FACULTE DES
SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE
NANCY POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR BERNARD BAUDELET

Maître-Assistant à l'Ecole Nationale Supérieure
de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines

1ère Thèse

APPARITION ET EVOLUTION DES DISLOCATIONS
OBSERVEES AU COURS DE TRAITEMENTS THERMIQUES
PAR TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X
DANS DES CRISTAUX D'ALUMINIUM.

2ème Thèse

La rupture fragile des métaux et des alliages.

SOUTENUES LE 2 MARS 1970, DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

JURY :

MM. les Professeurs :

F. DAVOINE,
J. FRIEDEL,
B. DEVIOT,
G. CHAMPIER,

Président

Invité

Examineurs



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555002_0012

THESES

PRESENTEES A LA FACULTE DES
SCIENCES DE L'UNIVERSITE DE
NANCY POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

PAR BERNARD BAUDELET

Maître-Assistant à l'Ecole Nationale Supérieure
de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines

1ère Thèse

APPARITION ET EVOLUTION DES DISLOCATIONS
OBSERVEES AU COURS DE TRAITEMENTS THERMIQUES
PAR TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X
DANS DES CRISTAUX D'ALUMINIUM.

2ème Thèse

La rupture fragile des métaux et des alliages.

SOUTENUES LE 2 MARS 1970, DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN

JURY :

MM. les Professeurs :

F. DAVOINE,
J. FRIEDEL,
B. DEVIOT,
G. CHAMPIER,

Président

Invité

Examineurs



ANNEE SCOLAIRE 1969-1970

Doyen M. AUBRY

Assesseur : M. GAY

Doyens Honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE - EICHHORN
CAPELLE - GODEMENT - LUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - LONGCHAMBON - LETORT -
DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL.Maîtres-de-Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - Mlle MATHIEUProfesseurs

MM. ROUBAULT	Géologie	NEEL	Chimie Organique Industrielle
VEILLET	Biologie Animale	GAYET	Physiologie
BARRIOL	Chimie Théorique	HADNI	Physique
BIZETTE	Physique	* BASTICK	Chimie
GUILLIEN	Electronique	DUCHAUFOR	Pédologie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	GARNIER	Agronomie
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	* CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique Appliquée	* GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie Minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Radiogéologie	* CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie	* WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul différ. et intégral
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie Organique
LE GOFF	Génie Chimique	FELDEN	Physique
SUHNER	Physique expérim.	* GOSSE	Mécanique Physique
CHAPON	Chimie Biologique	* DAVOINE	Physique (E.N.S.M.I.M.)
HEROLD	Chimie Minérale ind.	HORN	Physique (1er Cycle)
SCHWARTZ B.	Exploitation Minière	* ROCCI	Géologie
* MALAPRADE	Chimie	* Mme LUMER	Mathématiques
MANGENOT	Botanique	DELPUECH	Chimie Physique

N.....	Chimie Biologique
N.....	Mécanique Appliquée
N.....	Analyse Supérieure
N.....	Méthodes Mathématiques de la Physique
N.....	Mécanique Rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel.

Professeurs sans chaire

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal	MM. BALESDENT	Thermodynamique, Chimie Appliquée (E.N.S.I.C.)
MM. GUDEFIN	Physique	BLAZY	Minéralogie Appliquée (ENSG)
VUILLAUME	Psychophysiologie	JANOT	Physique
FRENTZ	Biologie Animale	CACHAN	Entomologie Appliquée (E.N.S.A.)
MARI	Chimie (I.S.I.N.)	JACQUIN	Pédologie et Chimie Agricoles
AUROUZE	Géologie	MAINARD	Physique M.P.
DEVIOT	Physique du Solide	MARTIN	Chimie P.C.
FLECHON	Physique P.C.	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
Mlle HUET	Mathématiques C.B.G	PROTAS	Minéralogie
MM. VIGNES	Métallurgie		
JURAIN	Géologie C.B.G		

Maîtres de Conférences

MM. JOSEFOWICZ	Physico-Chimie	MM. ROQUES	Chimie Minérale
RIVAIL	Chimie Appl. (CUCES)	FERRIER	Mathématiques
VILLERMAUX	Génie Chimique	GILORMINI	Mécanique (I.S.I.N.)
METCHE	Biochimie Appliquée (Brasserie)	DEXHEIMER	Botanique
PAIR	Mathématiques Appl.	CASTRO	Chimie Organique
BAUMANN	Physique 1er Cycle	N.....	Mécanique des Fluides (ISIN)
DURAND	Physique	N.....	Mathématiques
GRANGE	Physique (ISIN)	N.....	Mathématiques P.C.
DEPAIX	Prob. & Stat.	N.....	Mathématiques C.B.G.
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)	N.....	Physiologie Animale
CHAMBON	Exploit. Minière (Mines)	N.....	Mathématiques M.P.
HUSSON	Physique (ENSEM)	N.....	Chimie Organique
WEISSLINGER	Physique	N.....	Chimie (ENSIC)
GERL	Physique (ENSEM)	N.....	Mathématiques

Chargés d'Enseignements

MM. AMARIGLIO - COEURE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - HILY - MAURIN - NOVERRAZ - OVAERT - RUYER - WEBER

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique du Solide de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de NANCY.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur G. CHAMPIER et à lui exprimer ma respectueuse gratitude pour l'intérêt constant qu'il a porté à mon travail, les conseils qu'il m'a prodigués et la formation qu'il m'a donnée.

Je prie Monsieur le Professeur J. FRIEDEL d'accepter tous mes remerciements pour le très grand honneur qu'il me fait en participant à la constitution de mon jury de thèse.

J'exprime aussi ma reconnaissance à Messieurs les Professeurs F. DAVOINE et B. DEVIOT qui ont bien voulu examiner mon travail avec attention et ont accepté de faire partie de ce jury.

SOMMAIRE

CHAPITRE 1 - INTRODUCTION

CHAPITRE 2 - TECHNIQUE EXPERIMENTALE

2.1 Préparation des monocristaux d'aluminium

2.1.1 Le métal

2.1.2 Technique de préparation des monocristaux d'aluminium

2.1.3 Cristaux étudiés

2.2 Topographie aux rayons X par transmission

2.2.1 Principe

2.2.2 Dispositif expérimental

2.2.3 Four pour topographie aux rayons X à température élevée

2.2.4 Topographie par translation sans retour

2.2.5 Topogrammes réalisés

CHAPITRE 3 - RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1 Conditions expérimentales

3.2 Caractères généraux

3.2.1 Zones de températures

3.2.2 Caractéristique de la nouvelle configuration de dislocations

3.3 Zone 1

3.4 La température finale est égale à θ_a

3.5 Zone 2

3.6 Zone 3

3.7 Transformation des alignements de boucles

CHAPITRE 4 - DISCUSSION

4.1 Concentration de lacunes et nombre de sauts effectués par les lacunes

- 4.1.1 Concentration de lacunes
- 4.1.2 Nombre de sauts effectués par les lacunes
- 4.2 Considérations géométrique et cinétique sur les puits de lacunes
 - 4.2.1 La surface
 - 4.2.2 Les dislocations originelles courbes
 - 4.2.3 Les boucles alignées
 - 4.2.4 Les boucles isolées et les cavités
 - 4.2.5 La surface, les alignements de boucles et les dislocations originelles
 - 4.2.6 Relation entre le nombre de lacunes absorbées et le rayon des boucles
- 4.3 Schéma d'évolution
- 4.4 Nucléation des alignements de boucles
 - 4.4.1 Mécanismes de nucléation
 - 4.4.2 Confrontation des mécanismes proposés avec l'expérience
 - 4.4.3 Expériences complémentaires
 - 4.4.4 Caractéristiques des sources de Bardeen et Herring
- 4.5 Croissance des boucles alignées
 - 4.5.1 Apparition des alignements à la température θ_a
 - 4.5.2 Zone 2
 - 4.5.3 Passage de la zone 2 à la zone 3
 - 4.5.4 Zone 3
- 4.6 Transformation des alignements

CHAPITRE 5 - CONCLUSION

Annexe

Bibliographie

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

La diffraction des rayons X a été utilisée depuis plusieurs années pour étudier les imperfections dans les cristaux. De nombreuses méthodes ont été développées, toutes sont basées sur le principe que de petites différences angulaires ou de petites différences de paramètre entre des blocs cristallins voisins sont mises en évidence par l'étude des taches de diffraction ; les premières méthodes ne donnaient pas d'image du réseau des dislocations.

Depuis une dizaine d'années, BORRMANN et al. (1956-1958-1959), LANG (1957-1958-1959) et NEWKIRK (1958-1959) ont mis au point des techniques permettant d'obtenir une image des dislocations individuelles.

La méthode de NEWKIRK est une amélioration d'une technique ancienne de BERG(1931) et BARRET (1945). Cet auteur utilise la réflexion d'un faisceau de rayons X monochromatique. Les méthodes de LANG et de BORRMANN utilisent la technique par transmission d'un faisceau de rayons X monochromatique, l'une pour des échantillons peu absorbants, l'autre pour des échantillons absorbants.

Ces méthodes permettent d'explorer un volume important de cristal, plusieurs dizaines de mm^3 , et d'avoir ainsi une vue d'ensemble de la configuration des dislocations. L'épaisseur des cristaux est importante, entre 50 μm et 2mm environ, et les effets de surface sont diminués ou éliminés. Si l'on compare cette technique d'observation à la microscopie électronique, on constate que cette dernière ne permet d'explorer que des volumes restreints, une dizaine μm^3 , et les effets de surface deviennent prépondérants par suite de la faible épaisseur des échantillons, de l'ordre de 1000 Å .

Les méthodes d'observation par topographie aux rayons X sont non destructives et elles permettent d'observer un même échantillon avant et après traitement thermique, mécanique, magnétique... et ainsi de suivre les transformations produites. L'observation par microscopie électronique nécessite l'amincissement des échantillons, elle est donc destructive ; il serait de plus nécessaire de pouvoir s'assurer que l'amincissement ne modifie pas la configuration et la densité des imperfections.

Sur les chambres de topographie aux rayons X, il est possible de monter des fours qui permettent de suivre directement les évolutions de configurations de dislocations au cours de traitements thermiques et les dimensions des chambres rendent possible la réalisation de four sans gradient thermique. On peut également adapter d'autres dispositifs : micromachine de traction, fluage ...

La limite de résolution des méthodes d'observation par topographie aux rayons X peut varier entre 2 et 20 μm suivant les conditions expérimentales; la microscopie électronique donne quelques angströms de façon courante ; aussi l'observation par topographie ne peut être effectuée que sur des cristaux à faible densité de dislocations, inférieure à 10^4 cm^{-3} , les densités usuelles d'un métal bien recuit étant d'un à deux ordres supérieures

Parallèlement au développement de ces techniques, des travaux ont été effectués afin d'améliorer la perfection des cristaux, nous nous limiterons aux cristaux métalliques à l'exclusion des trichites. Des cristaux d'aluminium pouvant être observés en topographie aux rayons X ont été obtenus par LANG et al. dès 1959 ; puis successivement des cristaux de cuivre (WITTELS et al. 1962), de fer à 3% de silicium (LANG et al. 1965), de zinc et de cadmium (MICHELL et al. 1967), de niobium (REED et al. 1967), d'étain (TAKAKI et al. 1967), d'arsenic (SHETTY et al. 1968 et 1969), de molybdène (BECKER et al. 1969) et de tellure (DI PERSIO et al. 1970) ont été obtenus avec des densités de dislocations suffisamment faibles. L'amélioration des techniques de purification et de préparation permettra certainement d'étendre ces méthodes à d'autres métaux.

La grande perfection de ces cristaux, caractérisée par l'absence de sous-structure et de réseau de FRANK, permet de réaliser de nouvelles études où les dislocations peuvent être traitées presque individuellement. Cependant, la plupart des sujets abordés à ce jour présentent un caractère exploratoire et nécessiteraient d'être complétés ou repris.

L'étude de la perfection cristalline en fonction de la pureté du métal et du mode de préparation des cristaux a été entreprise sur le cuivre (YOUNG 1967) et sur l'aluminium (BASU et al. 1964, NØST 1965, AUTHIER et al. 1965, NES et al. 1966 et FREMIOT et al. 1967 et 1968). L'observation par topographie aux rayons X est en effet particulièrement précieuse pour ce genre d'étude, la microscopie électronique est hors de son domaine d'application et les figures d'attaque ne révèlent pas toujours l'émergence des dislocations comme l'ont montré récemment G'SELL et al. (1970) sur des cristaux d'aluminium.

L'évolution de la configuration des dislocations au cours de la micro-déformation plastique de monocristaux à faible densité de dislocations a été étudiée dans le cuivre par MERLINI et al. (1966) et par YOUNG et al. (1967), dans l'aluminium par NØST et al. (1969) et par FREMIOT (1969) et dans le molybdène

par PEGEL et al. (1969). Dans le cuivre et l'aluminium, ces études ont permis d'atteindre des valeurs des cisssions pour lesquelles les dislocations originelles se déplacent, de nouvelles dislocations prennent naissance et se multiplient.

L'application de champs de contraintes durant des temps très courts a permis d'atteindre des vitesses de déplacements de dislocations par la méthode de topographie par réflexion dans des monocristaux de zinc (POPE et al. 1967) et d'aluminium (GORMAN et al. 1969). Une étude réalisée par topographie par transmission permettrait de mieux mettre en évidence les interactions avec les autres dislocations et imperfections du réseau cristallin. Les déplacements de dislocations au cours de microfluages à différentes températures pourraient également être déterminés.

L'étude de la structure cristalline après le passage d'un joint de grain apporterait des informations sur les configurations de dislocations dans les parties des grains nouvellement recristallisés.

Le développement de piqûres de corrosion en surface pourrait aussi être étudié et être relié, le cas échéant, à la configuration des dislocations préexistantes.

L'observation de cristaux avant et après traitements thermiques permettrait d'étudier la montée de dislocations dans un milieu sursaturé (ou sous-saturé) en lacunes et il serait également très intéressant de transposer au cas des métaux les nombreuses études qui ont été entreprises sur la diffusion et la précipitation dans le silicium : apparition de dislocations dans un gradient de concentration de soluté, mesure de la diffusion du soluté le long d'une ligne de dislocation et rôle éventuel des dislocations comme zone préférentielle pour la nucléation de phases qui précipitent.

L'observation par topographie aux rayons X au cours de traitements thermiques donnerait des informations encore plus précises. Seule l'équipe dirigée par NØST a étudié des évolutions de configurations de dislocations au cours de traitements thermiques dans des monocristaux d'aluminium (NØST et al. 1966 et 1967 et LOHNE et al. 1967 et 1969). Ils ont utilisé des cristaux préparés par la méthode d'écrouissage et recuit à partir d'aluminium purifié par fusion de zone. Ces cristaux ont été soumis à des chauffages et à des refroidissements dans un four disposé sur la chambre de topographie aux rayons X et ont été observés sur des sections obtenues par topographie. Pour chaque expérience la densité originelle des dislocations n'a pas été précisée avec exactitude, elle est cependant toujours faible

et comprise entre quelques dizaines et 1000 cm^{-3} , de même l'état d'oxydation de la surface des cristaux n'a pas été indiqué.

Suivant la sursaturation (ou sous-saturation) en lacunes qui existe dans les cristaux au cours des variations de température, on peut classer leurs résultats expérimentaux en deux parties.

- Lorsque la sursaturation (ou la sous-saturation) mesurée par le rapport de la concentration effective des lacunes à la concentration correspondant à l'équilibre thermodynamique à la température considérée, est voisine de l'unité, il apparaît des alignements de boucles coaxiales. Afin d'établir les conditions de leur apparition, NØST et al. ont d'une part refroidi des cristaux depuis 350 jusqu'à 270°C à des vitesses respectivement égales à $2,5$, 6 , 10 et 20°C/h , et d'autre part ils les ont portés à des températures élevées depuis 290°C avec des vitesses du même ordre de grandeur. Ils ont trouvé que les alignements apparaissaient pour une sursaturation comprise entre $1,05$ et $1,38$; ils ont déduit que la sursaturation des lacunes contrôlait leur apparition et ils ont estimé que la valeur critique de cette sursaturation était égale à $1,1$.

- Lorsque la sursaturation est élevée (ou la sous-saturation) faible, des points noirs apparaissent au cours des variations de températures, même à des vitesses faibles, de quelques degrés par heure. Ces points noirs sont situés soit en volume, soit au voisinage de la surface; dans le premier cas les auteurs les ont attribués à des boucles de dislocations nucléées d'une manière hétérogène sur des impuretés, dans le second cas les points noirs seraient des amas de type lacunaire ou interstitiel dont la formation proviendrait d'une valeur plus élevée de l'énergie de migration des lacunes au voisinage de la surface.

A température constante, NØST et al. ont enfin montré que la densité ρ des dislocations, dont ils n'ont pas pu préciser la configuration, décroît au cours du temps t de maintien suivant une loi du type :
$$\frac{1}{\rho} = \frac{1}{\rho_0} + \alpha t$$

et ils ont établi une correspondance entre cette loi expérimentale et une relation démontrée par FRIEDEL (1964) dans le cas de cristaux ayant une densité élevée de dislocations arrangées suivant un réseau de FRANK.

Sur le travail réalisé par l'équipe de NØST nous ferons les remarques suivantes :

1) dans des cristaux presque parfaits la surface et les dislocations originelles étant des puits (ou des sources) de lacunes importants, la surface

devrait ne pas être fortement oxydée et avoir toujours le même état et les dislocations originelles la même densité, ceci afin de pouvoir comparer des expériences. Or il semble que, dans certains cas, leurs cristaux soient fortement oxydés au point d'empêcher les lacunes de migrer à travers la surface et de créer des points noirs.

2) Les cristaux ayant uniquement été observés sur des sections, les auteurs n'ont jamais obtenu de vue d'ensemble à température élevée des configurations de dislocations. Cette limitation ne permet pas d'assurer que le phénomène observé dans une section se produit dans l'ensemble du cristal.

3) Nous constaterons enfin que NØST et al. ont établi la condition d'apparition des alignements de boucles en refroidissant des cristaux depuis une seule température ou en les chauffant également depuis une seule température initiale.

Aussi, il nous est apparu nécessaire de reprendre ce travail en contrôlant plus strictement les conditions expérimentales et en étendant le domaine des températures étudiées :

- observation des configurations de dislocations sur des topogrammes de translation avant une variation de température afin de déterminer la densité des dislocations originelles, au cours et après une variation de température afin d'obtenir une image complète du cristal.

- maintien d'un temps suffisamment long à chaque température initiale d'une part pour que la densité des dislocations originelles soit toujours du même ordre et égale à $100 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$, et d'autre part pour atteindre la concentration de lacunes correspondant à l'équilibre thermodynamique.

- construction d'un four sans gradient de température et parfaitement étanche afin que l'état de surface des cristaux, maintenus en atmosphère confinée, n'évolue pas au cours des traitements thermiques.

- extension du domaine des températures initiales en réalisant des expériences depuis des températures comprises entre 270 et 350°C.

Dans ce rapport nous exposerons tout d'abord la technique expérimentale utilisée. Nous décrirons ensuite les résultats expérimentaux obtenus au cours et après des refroidissements à la vitesse de 400°C/h ; nous mettrons en évidence des conditions expérimentales d'apparition des alignements de boucles différentes de celles de NOST ; nous montrerons les différentes phases de la croissance des alignements de boucles, nous présenterons leurs aspects géométrique et cristallographique et comment ils peuvent se transformer à température constante en une configuration de dislocations courbes.

Enfin, nous donnerons une interprétation de nos résultats expérimentaux en considérant les lacunes retenues en sursaturation au cours des refroidissements et nous confirmerons notre interprétation en présentant des expériences complémentaires réalisées sur les mêmes cristaux refroidis à des vitesses différentes ou encore soumis à des élévations de température.

CHAPITRE 2

TECHNIQUE EXPERIMENTALE

2.1 - PREPARATION DES MONOCRISTAUX D'ALUMINIUM.

2.1.1 - Le métal.

Le matériau utilisé est fourni par la Société PECHINEY ; sa pureté est de 99,988% en poids ; les principales impuretés, selon une analyse du fournisseur, sont indiquées au Tableau 2-1.

Eléments	Fe	Si	Cu	Mn	Zn	Mg	Cr	Ti
% en poids	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,005	0,001	0,001

T A B L E A U 2-1

La pureté étant un facteur important de la perfection des monocristaux préparés par la méthode d'écrouissage et recuit, nous avons purifié le métal d'origine par la technique de la zone fondue (PFANN, 1958). L'analyse des barreaux d'aluminium par la mesure du rapport de la résistivité mesurée à la température ambiante à celle mesurée à l'hélium liquide a donné dans la partie centrale de ces barreaux une teneur globale en impuretés de l'ordre de 3 à 5 p.p.m. après 20 passages de fusion de zone.

Nous avons montré l'influence de la pureté sur la densité des dislocations dans des cristaux préparés par la même méthode à partir d'aluminium respectivement d'origine, (a), après 5 passages de fusion de zone, (b), et après 20 passages de fusion de zone, (c) : on obtient une densité supérieure à 10^4 cm cm^{-3} pour (a), environ 10^4 cm cm^{-3} pour (b) et environ 10^3 cm cm^{-3} pour (c) (FREMIOT et al., 1968). Des cristaux préparés à partir d'aluminium contenant moins d'un p.p.m. d'impuretés, fourni par M. REVEL, Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique, Vitry-sur-Seine, n'ont pas conduit à des densités de dislocations inférieures ; il semble donc qu'à partir de quelques p.p.m. la concentration en impuretés n'est plus un facteur important. Les cristaux utilisés dans ce présent travail ont été préparés à partir d'aluminium prélevé dans la partie centrale d'un seul barreau de fusion de zone, après 20 passages ; on peut estimer qu'ils ont tous la même pureté (FROMAGEAU et al., 1968).

Les dislocations de vecteurs de Burgers $\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$, $\frac{a}{2}[\bar{1}10]$ et $\frac{a}{2}[011]$ sont visibles sur les topogrammes alors que celles qui ont pour vecteur de Burgers $\frac{a}{2}[101]$, $\frac{a}{2}[\bar{1}10]$ et $\frac{a}{2}[011]$ sont invisibles.

Les angles des 6 directions $\langle 110 \rangle$ avec la surface des cristaux sont indiqués aux tableaux 2-2 a et b respectivement pour les cristaux A et B ; on remarque que les directions $[\bar{1}10]$ sont, pour les deux cristaux, presque parallèles à leur surface.

$[\bar{1}0\bar{1}]$	$[\bar{1}10]$	$[011]$	$[101]$	$[110]$	$[01\bar{1}]$
25°	5°	32°	27°	85°	31°

T A B L E A U 2-2 a

$[\bar{1}0\bar{1}]$	$[\bar{1}10]$	$[011]$	$[101]$	$[110]$	$[01\bar{1}]$
36°	8°	20°	12°	74°	45°

T A B L E A U 2-2 b

2.2 - TOPOGRAPHIE AUX RAYONS X PAR TRANSMISSION.

2.2.1 - Principe.

Lorsqu'un cristal est placé en position de réflexion sélective pour un faisceau "monochromatique" de rayons X, une dislocation peut donner lieu à trois types d'images (AUTHIER, 1967). L'image directe (1, fig. 2-2) résulte de l'interaction, en P, du faisceau de rayons X incident AB avec la dislocation D ; ce faisceau composé principalement de rayons X ne satisfaisant pas à la loi de Bragg pour le cristal parfait, peut y satisfaire dans une région perturbée P et donner ainsi une image directe du champ de distorsion au voisinage d'une dislocation. A l'intérieur du cristal, le trajet des rayons est compris dans le dièdre CAB d'angle 2θ ; l'interaction de l'onde incidente et de l'onde réfléchie donne lieu à la superposition de deux systèmes d'ondes stationnaires, les plans atomiques réfléchissants

coïncidant avec les plans nodaux de l'un et les plans ventraux de l'autre, le premier subit une absorption anormalement faible, tandis que l'autre est pratiquement complètement absorbé dans le cristal: c'est l'effet BORRMANN (1958).

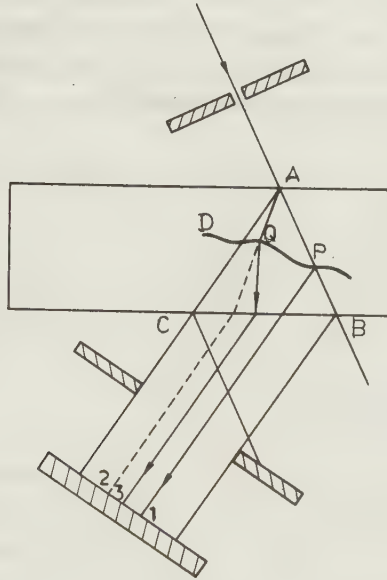


Fig. 2-2 - Images obtenues par topographie aux rayons X par transmission.

Si le cristal contient une imperfection qui perturbe la périodicité des positions atomiques, les plans nodaux du système d'ondes stationnaires ne coïncident plus avec les plans atomiques réfléchissants dans la zone de l'imperfection (Q, fig. 2-2), l'effet d'absorption anormalement faible ne joue plus et l'énergie du champ d'onde électromagnétique n'est plus transmise pour cette zone, l'imperfection donne une ombre (2, fig. 2-2) sur le fond des rayons X transmis et réfléchis. Un troisième type d'image (3, fig. 2-2) ou image intermédiaire, est dû au découplage du champ d'onde stationnaire en ses deux composantes, les ondes incidente et réfléchie, quand il traverse une région fortement perturbée (Q, fig. 2-2) au niveau d'une dislocation et à la création de nouveaux systèmes d'ondes stationnaires.

Suivant les valeurs du produit μl on obtient l'un ou l'autre des types d'images décrits précédemment, μ étant le coefficient d'absorption linéaire et l l'épaisseur de l'échantillon :

- La méthode de LANG (1957 - 1958 - 1959) correspond aux valeurs du produit μl de l'ordre de 1 et conduit à des images directes ; les épaisseurs des cristaux des éléments purs qui satisfont à la condition $\mu l \approx 1$ sont en général très faibles, ce qui limite l'utilisation de cette méthode (CHAMPIER et al., 1968).

- Les méthodes par transmission anormale correspondent aux fortes valeurs du produit μl .

L'épaisseur des échantillons d'aluminium que nous avons utilisés étant de 800 μm , le produit μl est égal à 1,1 pour la radiation K_{α_1} du molybdène.

2.2.2 - Dispositif expérimental.

Le dispositif expérimental est représenté schématiquement à la figure 2-3. La source de rayons X "*monochromatique*" a pour hauteur f_h et pour largeur f_v , elle est distante du cristal d'une longueur c ; le film est disposé perpendiculairement au faisceau de rayons X réfléchi à une distance d du cristal ; la seconde fente F_2 arrête les rayons X incidents et les empêche de venir impressionner le film ; nous obtenons alors un topogramme de section ; en déplaçant le cristal et le film d'un même mouvement de translation on superpose les images des sections pour réaliser un topogramme de translation, projection de l'ensemble du cristal suivant la direction des rayons X réfléchis.

Le grandissement vertical γ_v est donné par la relation :

$$\gamma_v = \frac{c+d}{c}$$

Le grandissement horizontal γ_h est donné par les relations :

$$\gamma_h = \cos(\theta - \vartheta) \quad \text{ou} \quad \cos(\theta + \vartheta)$$

suivant la disposition du faisceau incident par rapport aux plans réflecteurs, θ est l'angle de Bragg et ϑ l'angle entre la normale aux faces du cristal et les plans réflecteurs.

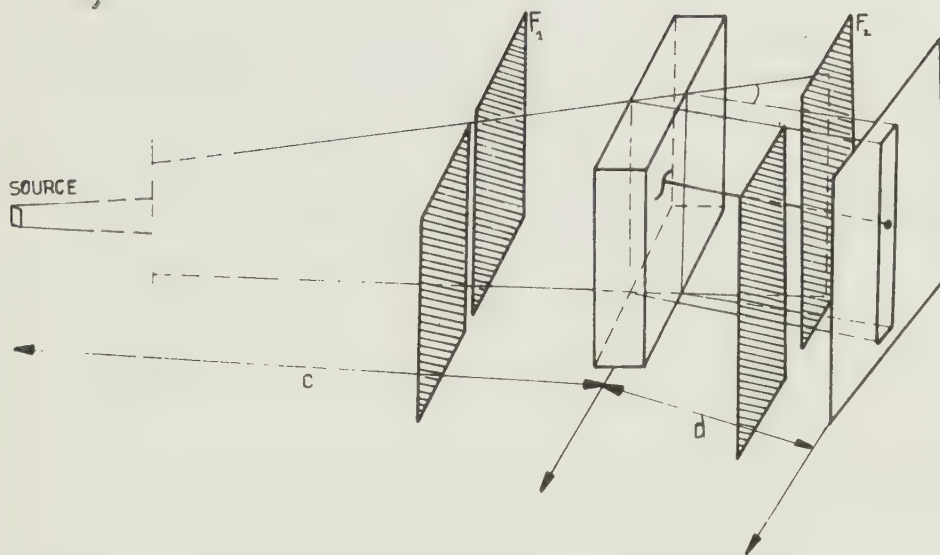


Fig. 2-3 - Schéma du dispositif expérimental de la méthode de topographie aux rayons X par transmission.

La limite de résolution, définie comme la plus petite distance ϵ entre deux défauts ponctuels du cristal qui donnent deux images distinctes est égale à :

$$\epsilon_v = f_v \frac{d}{c+d} \quad \text{pour la limite de résolution verticale}$$

$$\text{et } \epsilon_h = \frac{d \, d\theta}{\cos(\theta-\vartheta)} \quad \text{ou} \quad \frac{d \, d\theta}{\cos(\theta+\vartheta)} \quad \text{pour la limite de résolution horizontale}$$

$d\theta$ est l'amplitude de l'intervalle de variation de l'angle de Bragg.

La distance c a été prise égale à 35cm pour des raisons de stabilité du montage; la distance d par suite de la présence du four, a dû être prise égale à 8cm; $d\theta$ est égale à 10^{-4} radian et les angles θ et δ sont tels que $\cos(\theta+\delta)$ ou $\cos(\theta-\delta)$ est voisin de 1.

Les grandissements vertical et horizontal sont alors voisins de 1 et nous obtenons des topogrammes de translation qui sont en première approximation des projections en vraie grandeur du cristal étudié.

La limite de résolution horizontale ϵ_h est égale à 8 microns et pour obtenir une valeur du même ordre pour la limite de résolution verticale ϵ_v il faut :

$$f_v \leq \frac{c+d}{c} \epsilon_v$$

$$\text{soit} \quad f_v \leq 43 \text{ } \mu\text{m} \quad (2-1)$$

La largeur horizontale f_h de la source doit être telle que :

$$f_h + f_1 \leq 2c (\theta_{K_{\alpha 2}} - \theta_{K_{\alpha 1}})$$

où f_1 est la largeur de la fente F_1 et $\theta_{K_{\alpha 2}}$ et $\theta_{K_{\alpha 1}}$ sont respectivement les angles de Bragg pour les longueurs d'ondes $K_{\alpha 2}$ et $K_{\alpha 1}$ du molybdène.

$$f_h + f_1 \leq 700 \text{ } \mu\text{m} \quad (2-2)$$

La condition (2-1) a entraîné le choix d'un tube à rayons X microfoyer Hilger & Watts de hauteur f_v égale à 40 μm ; la largeur de ce microfoyer, égale à 4 μm , permet de satisfaire très facilement la condition (2-2).

Nous avons utilisé des plaques nucléaires Ilford L4 et G5 d'épaisseur d'émulsion égale à 100 μm et dont les tailles de grains sont respectivement égales à 0,14 et 0,27 μm . Ces types de plaques ont été retenus car on voulait agrandir les topogrammes de l'ordre de 30 fois, conserver la limite de résolution de la technique d'observation et limiter les temps de pose.

2.2.3 - Four pour topographie aux rayons X à température élevée.

Afin de suivre les évolutions de configurations des dislocations à température élevée, nous avons adapté un four sur la chambre de topographie aux rayons X ; une photographie représente l'ensemble (fig. 2-4) ; le cristal est placé au centre d'un bloc cylindrique de cuivre de 8cm de long et de 5cm de diamètre, 12 fenêtres de beryllium de 50 μm d'épaisseur placées de part et d'autre du cristal laissent les rayons X traverser l'ensemble ; deux roulements à billes de précision permettent de faire tourner le four autour d'un axe horizontal afin de placer en position verticale les plans réflecteurs du cristal, ce réglage étant effectué à l'aide d'une butée micrométrique ; un enroulement chauffant isolé est disposé sur le bloc de cuivre et un dispositif de contrôle commandé par un thermocouple situé entre l'enroulement et le bloc de cuivre assure la régulation thermique de l'ensemble à $\pm 1^\circ \text{C}$ entre la température ordinaire et 400°C ; cette température est repérée au niveau du cristal par un thermocouple ; éventuellement un enregistreur permet de suivre les variations de température en fonction du temps.

Nous avons réalisé notre étude avec des vitesses de refroidissement au plus égales à 400°C/h et avec des vitesses de chauffage au plus égales à 1000°C/h . Au cours des variations de température, par suite de coefficients de dilatation différents, nous avons été contraints de maintenir le cristal en position de réflexion en réajustant périodiquement les réglages par suite de la faible divergence, 2 minutes d'arc, du faisceau incident.

Afin de suivre des évolutions de configurations de dislocations et de faire des comparaisons, nous avons été conduits à effectuer sur chaque cristal des topogrammes à partir d'une seule réflexion sélective ; cette condition nous a permis de réduire au maximum la surface des fenêtres du four et d'éliminer ainsi tout gradient de température dans la partie centrale où se trouve le cristal ; mais cette condition nous a contraints à ne voir qu'une partie des dislocations et à ne pas connaître leur configuration spatiale.

Dans le four les cristaux sont chauffés en atmosphère confinée non oxydante ; en effet au cours des chauffages successifs le cuivre s'oxyde et l'oxyde formé rend étanche toutes les jonctions entre les pièces du four, aussi un même cristal peut être étudié plusieurs mois sans altération de son état de surface ; il n'est pas possible de préciser le degré d'oxydation des cristaux dans ce four, cependant la couche d'oxyde formée doit être suffisamment mince puisqu'elle ne masque pas les dislocations

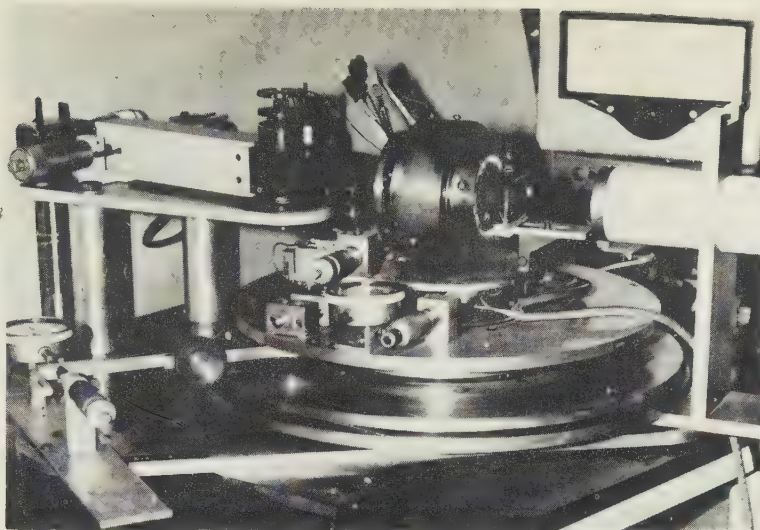


Fig. 2-4 : Chambre destinée à l'observation directe par topographie aux rayons X par transmission de monocristaux portés à température élevée.

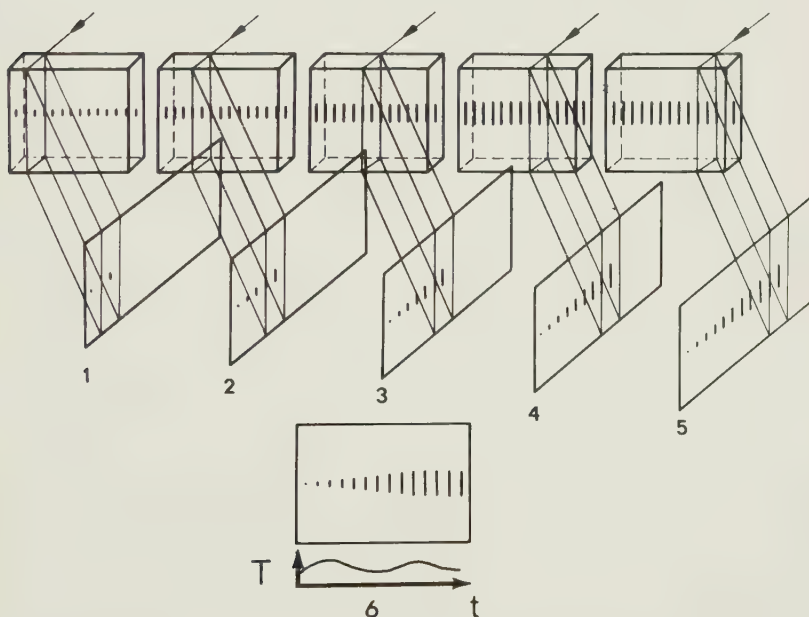


Fig. 2-5 : Les schémas de 1 à 5 montrent comment on obtient un topogramme de translation sans retour.

Le schéma 6 représente le topogramme obtenu par cette technique.

situées dans le cristal ; on constate en effet qu'un cristal chauffé à l'air à 420°C pendant quelques heures ne peut pas être étudié par topographie aux rayons X si sa couche d'oxyde n'a pas été enlevée par électrolyse (FREMIOT et al., 1968). En revanche l'oxydation du cuivre présente l'inconvénient de produire des particules d'oxyde qui viennent se coincer entre les fenêtres de beryllium et produisent des taches claires sur les topogrammes.

2.2.4 - Topographie par translation sans retour.

Afin de rendre uniforme la qualité des topogrammes de translation le cristal et le film sont ordinairement déplacés d'un mouvement de translation avec aller et retour à une vitesse de l'ordre de 1mm/mn ; malgré les fluctuations de débit du générateur de rayons X et les dérèglages au cours des variations de température, nous avons préféré effectuer des translations de l'ensemble d'un mouvement plus lent sans retour, afin de pouvoir suivre des évolutions de configurations de dislocations. En effet avec des aller et retour plus rapides les différentes configurations se superposeraient sur la plaque photographique ou même ne seraient pas enregistrées ; la puissance du générateur de rayons X utilisé et les plaques choisies nous ont imposé une vitesse de translation de 1 mm/h.

Pour préciser l'avantage de cet aspect de la topographie aux rayons X, nous avons schématisé (fig. 2-5) différentes configurations successives d'un alignement de boucles, vues par la tranche. Sur les schémas 1, 2, 3 et 4 relatifs aux instants t_1 , t_2 , t_3 et t_4 et aux températures T_1 , T_2 , T_3 et T_4 , nous supposons que le diamètre des boucles augmente et que cette évolution cesse à partir de l'instant t_4 . Le schéma 5 relatif à l'instant t_5 et à la température T_5 est alors identique au précédent. A chaque instant nous avons représenté les positions, d'une part des faisceaux de rayons X incident et réfléchi, et d'autre part de la plaque nucléaire par rapport au cristal ; on voit ainsi comment progressivement le topogramme de translation sans retour est réalisé. Sur le topogramme obtenu, on peut indiquer le temps où chaque section du cristal a été enregistrée et la température à laquelle se trouvait l'ensemble du cristal à ce moment là (schéma 6, fig. 2-5). Cependant un tel topogramme n'est pas caractéristique d'une évolution car le même serait obtenu avec des boucles coaxiales dont le diamètre croîtrait le long de la direction de leur alignement mais resterait constant au cours du temps ; un second topogramme permet de décider s'il y a eu effectivement croissance entre les temps t_1 et t_4 .

La vitesse de translation de 1 mm/h impose une limite à l'étude du mouvement des dislocations ; la largeur de zone irradiée dans le cristal étant de 4 μm environ, chaque point reçoit le faisceau de rayons X incident pendant 15 secondes. Une dislocation ne donne pas d'image sur le topogramme si, pendant ce temps, elle se déplace de plus de 10 μm , valeur de la limite de résolution - c'est-à-dire à une vitesse supérieure à 2,5 mm/h. Si les dislocations se déplacent à une vitesse de l'ordre de 2,5 mm/h, les images des lignes de dislocations sont élargies et d'intensité plus faible.

2.2.5 - Topogrammes réalisés.

Nous avons réalisé des topogrammes avant chaque variation de température, pour contrôler la configuration initiale des dislocations, au cours et après variation de température pour étudier l'évolution des configurations.

CHAPITRE 3

RESULTATS EXPERIMENTAUX

3.1 - CONDITIONS EXPERIMENTALES.

Nous avons refroidi les monocristaux d'aluminium à la vitesse de 400°C/h depuis des températures initiales θ_i , comprises entre 270°C et 350°C jusqu'à des températures finales θ_f supérieures ou égales à 20°C (fig. 3-1).

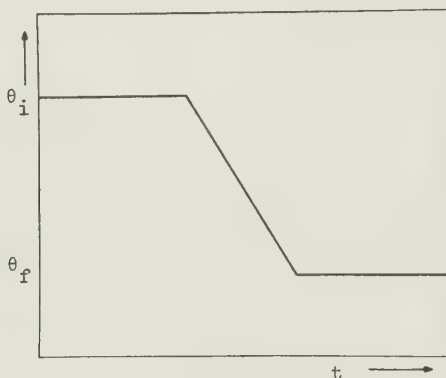


Fig. 3-1 - Variation de la température au cours d'un refroidissement depuis une température initiale θ_i jusqu'à une température finale θ_f .

Aux températures initiale et finale les cristaux ont été maintenus pendant des temps suffisamment longs pour atteindre la concentration de lacunes correspondant à l'équilibre thermodynamique, sauf aux basses températures où un tel équilibre ne peut plus être atteint en un temps limité.

Avant chaque refroidissement, nous nous sommes efforcés d'obtenir des cristaux à faible densité N_i de dislocations courbes originelles :

$$N_i = 100 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$$

Ainsi, sur le topogramme 3-1 réalisé à 290°C sur le cristal A, nous constatons que la densité N_i de dislocations originelles est de quelques dizaines de cm cm^{-3} .

Pour satisfaire à cette condition sur la densité des dislocations originales nous avons dû limiter la température initiale la plus basse à 270° C.

3.2 - CARACTERES GENERAUX.

3.2.1 - Zones de températures.

Suivant les valeurs des températures initiale et finale, on peut classer les résultats expérimentaux en trois zones ; nous avons représenté ces zones dans deux types de diagramme : l'un ayant pour coordonnées θ_i et θ_f (fig. 3-2 a), l'autre ayant pour coordonnées θ_i et $(\theta_i - \theta_f)$ (fig. 3-2 b), cette dernière représentation intervenant au cours de la discussion.

Dans la zone 1, aucune nouvelle configuration de dislocations n'apparaît après le refroidissement, quel que soit le temps de maintien à la température finale θ_f .

Dans la zone 2, une nouvelle configuration de dislocations apparaît et se développe au cours du maintien à la température θ_f . A la limite entre les zones 1 et 2 nous appellerons θ_a la valeur de θ_f pour laquelle cette nouvelle configuration commence à être visible sur les topogrammes ; sur le Tableau 3-1 les valeurs de θ_a déterminées expérimentalement sont indiquées pour des refroidissements depuis des températures θ_i différentes ; les points correspondants sont représentés par une croix sur les graphiques des figures 3-2 a et b.

Cristal	A	B	B	A	B	B	A
θ_i °C	345	329	319	308	304	290	274
θ_a °C	339	319	309	295	291	270	238

T A B L E A U 3-1

Dans la zone 3, cette nouvelle configuration apparaît au cours du refroidissement entre les températures initiale et finale et continue à se développer au cours du maintien à la température θ_f .

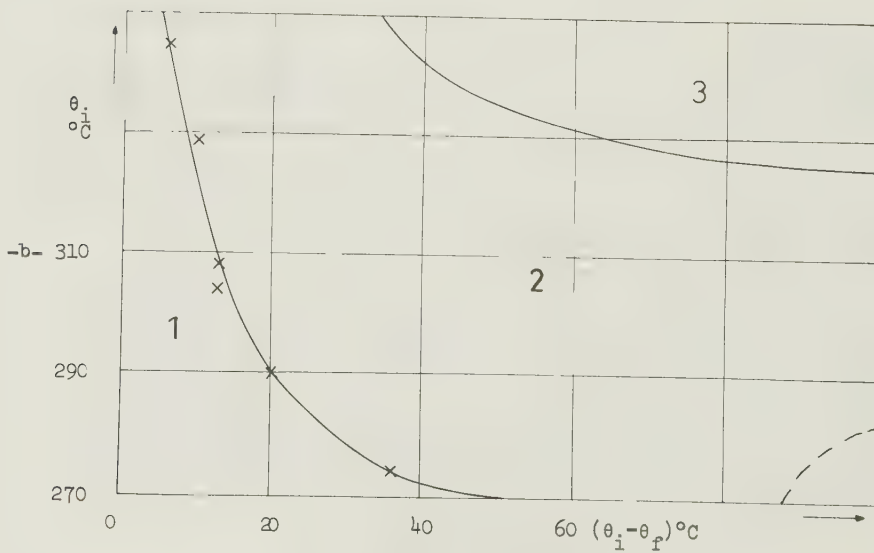
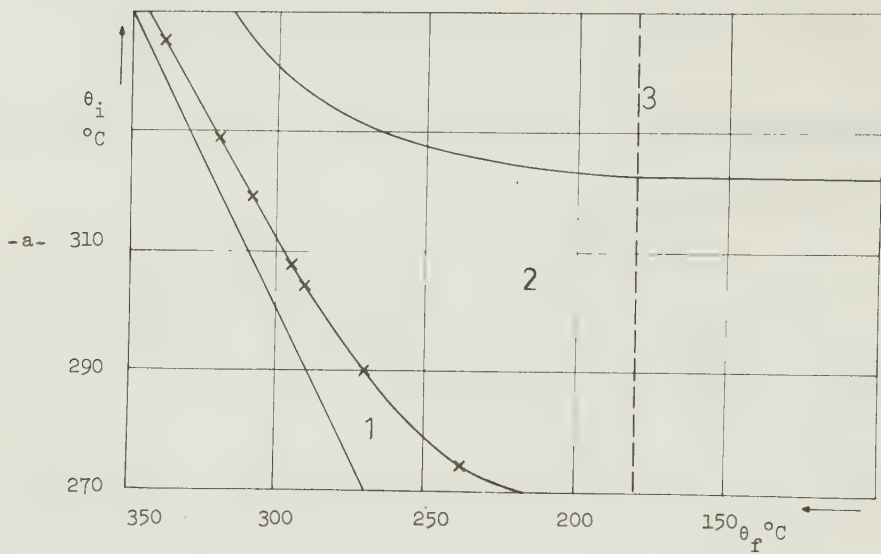


Fig. 3-2 - Zones de températures permettant de classer les résultats expérimentaux.

Lorsque la température finale est inférieure à 180°C , cette nouvelle configuration apparaît et n'évolue pas alors que pour des températures supérieures à 180°C elle se transforme en une configuration de dislocations courbes en quelques jours ; ces deux domaines de température sont délimités par une courbe en tirets sur les figures 3-2 a et b.

3.2.2 - Caractéristique de la nouvelle configuration des dislocations.

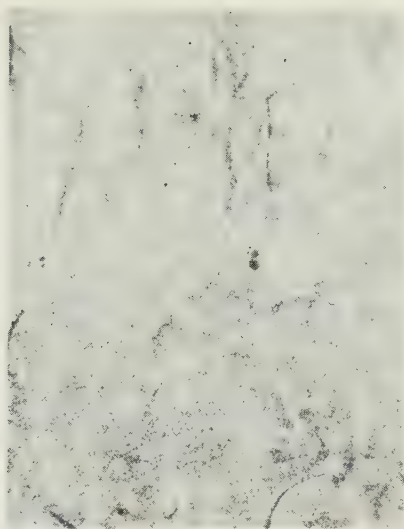
Cette nouvelle configuration de dislocations se présente sous la forme d'alignements de boucles de dislocations coaxiales dirigés suivant les directions cristallographiques $\langle 110 \rangle$, le vecteur de Burgers des boucles étant parallèle à la direction de leur axe. Nous appellerons L_{fv} la densité des alignements visibles à la fin du développement de cette nouvelle configuration ; au cours de la discussion nous introduirons L_{fn} pour désigner la densité finale des alignements nucléés.

Pour un même cristal, on constate que les alignements apparaissent toujours en même position, quelles que soient les valeurs des températures initiale et finale dans les zones 2 et 3.

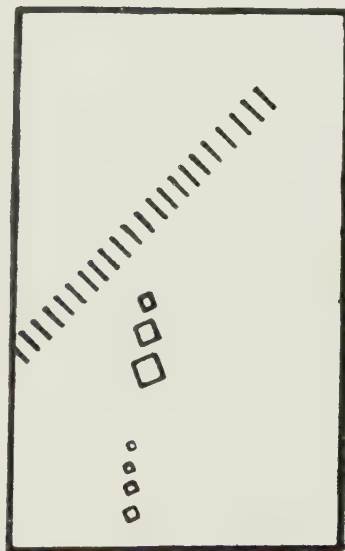
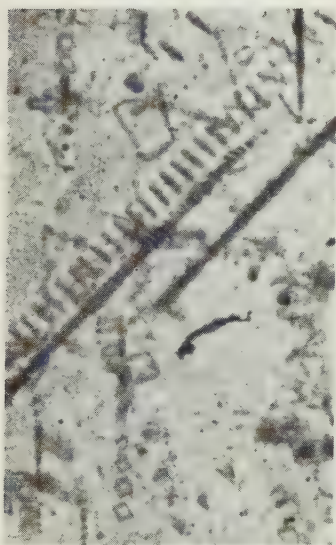
Les boucles ont une forme voisine d'un losange ; elles sont situées sur leur cylindre de glissement, leurs côtés étant parallèles aux directions $\langle 112 \rangle$ intersections du plan $\{110\}$ des boucles et des deux plans $\{111\}$ qui contiennent leur vecteur de Burgers. Les boucles sont vues par la tranche pour des alignements presque parallèles aux faces des cristaux et elles sont vues de champ pour des alignements inclinés ; ainsi sur le topogramme 3-2 on rencontre ces deux types d'alignement. Bien que les boucles aient la forme de losange, dans tous les calculs que nous mènerons nous les assimilerons à des boucles circulaires de rayon r et de même surface.

Sur un même topogramme on constate que le rayon des boucles peut être soit constant le long d'un alignement, soit d'autant plus petit que les boucles sont situées plus près de la surface du cristal et on remarque que les boucles présentent des tailles différentes d'un alignement à l'autre : le rayon des boucles visibles sur les topogrammes prend des valeurs comprises entre r_a , égal à $15\text{ }\mu\text{m}$ environ, et une valeur qui peut atteindre $100\text{ }\mu\text{m}$ selon les conditions expérimentales.

La distance e entre les boucles est une fonction de leur rayon r et dépend de l'alignement selon qu'il atteint ou non la surface du cristal. Pour des alignements



topogramme 3-1 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé à 290°C sur le monocristal d'aluminium A après quelques heures de maintien à cette température (x 27).



topogramme 3-2 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium B contenant des alignements de boucles vues par la tranche et des alignements de boucles vues de champ (x 40).

inclinés sur les faces du cristal, les boucles paraissent parfois entassées et il n'est pas possible de mesurer leur rayon et la distance qui les sépare ; aussi avons nous restreint notre étude aux alignements peu inclinés. Dans un graphique ayant pour coordonnées e et r , nous avons repéré par une croix (x) les points relatifs à des alignements qui s'étendent d'une face à l'autre du cristal et par un rond (o) ceux relatifs à des alignements qui se terminent dans le cristal (fig. 3-3) ; nous remarquerons que les premiers (x) se rangent avec une faible dispersion autour de la droite d'équation $e = r$ alors que les seconds (o) présentent une forte dispersion autour d'une droite d'équation $e = 2,5 r$. La pente β de la droite est 2,5 fois plus élevée pour les alignements courts que pour les alignements longs.

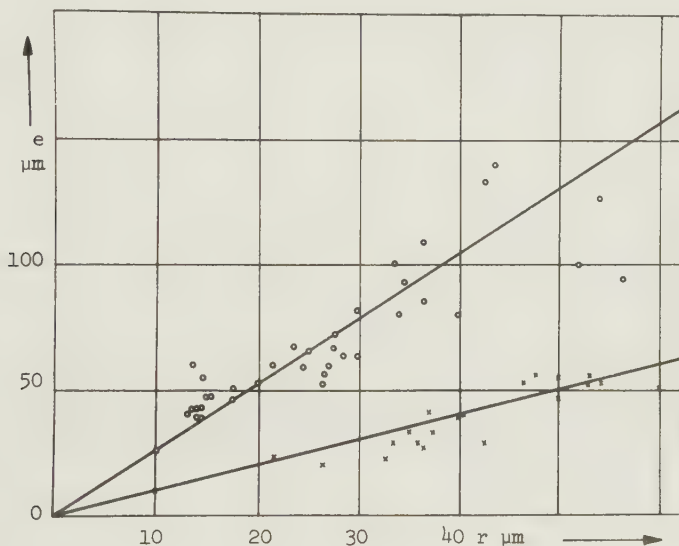


Fig. 3-3 - Variation de la distance e entre les boucles en fonction de leur rayon r pour des alignements qui s'étendent d'une face à l'autre du cristal (x) et pour des alignements plus courts (o).

3.3 - ZONE 1.

Après chaque refroidissement, la configuration des dislocations originales évolue : certaines dislocations deviennent très grossièrement hélicoïdales (A et A', fig. 3-4) ; d'autres sont bloquées par des obstacles que la technique

d'observation utilisée ne permet pas de déceler (B et B', fig. 3-4) ; d'autres enfin disparaissent rapidement à la surface du cristal et on ne peut pas suivre leur déplacement (C, fig. 3-4). Au cours de ces évolutions la densité de dislocations originelles tend à diminuer. Leur déplacement est en moyenne de quelques centaines de microns. Il est impossible de préciser la part de montée et de glissement dans ces déplacements à partir de topogrammes réalisés avec une seule famille de plans réflecteurs ; cependant il ne s'agit pas uniquement de glissement pour certaines dislocations qui montent en hélices irrégulières (A, fig. 3-4) et il est probable qu'il en est de même pour les autres car FREMIOT et al. (1967) ont montré que les dislocations originelles n'étaient pas situées dans un plan de glissement.

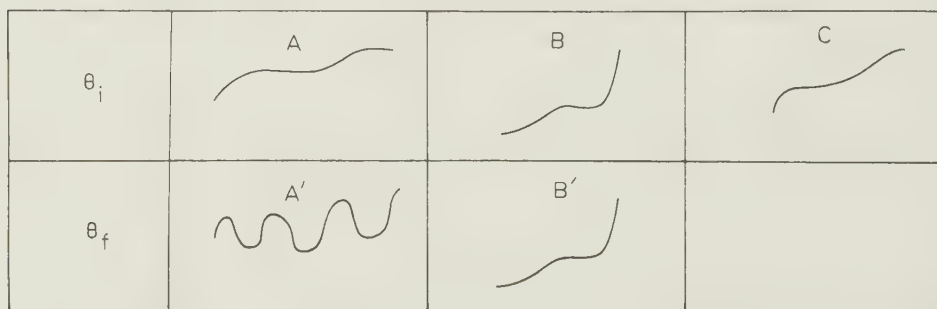


Fig. 3-4 - Schémas d'évolution de dislocations courbes originelles après un refroidissement depuis une température initiale θ_i jusqu'à une température finale θ_f .

Dans les zones 2 et 3 les dislocations originelles évoluent semblablement et d'autant moins que la densité des alignements de boucles qui sont apparus est plus élevée.

3.4 - LA TEMPERATURE FINALE EST EGALE A θ_a .

Les alignements obtenus lorsque la température finale est égale à θ_a se présentent soit sous forme d'alignements de boucles non résolues de rayon r_a , égal à 15 μm , dont la distance entre boucles est approximativement égale à $2,5 r_a$,

soit plus généralement sous forme de "segments" de dislocations de largeur $2 r_a$; nous ferons l'hypothèse que ces "segments" sont des alignements de boucles de rayon r_a dont la distance entre boucles est égale à r_a ; ce point sera confirmé au paragraphe 4.4.4.4 lorsque nous montrerons que les premiers alignements nucléés peuvent être suffisamment longs pour traverser entièrement le cristal ; ils peuvent alors appartenir à la catégorie des alignements pour lesquels le rapport β entre le rayon r et la distance e est égal à 1.

La partie visible des alignements ne traverse pas en général les cristaux. Elle est souvent égale au tiers environ de la longueur maximale.

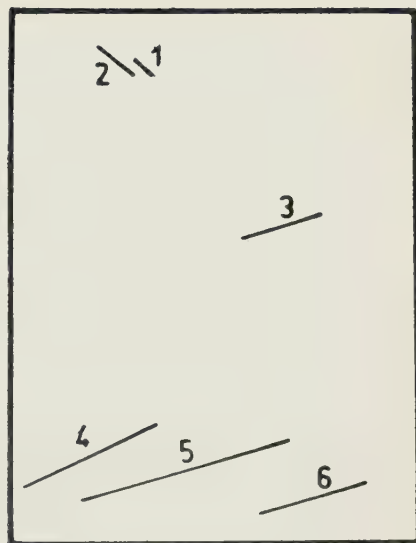
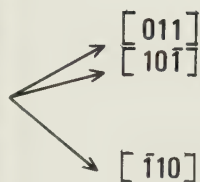
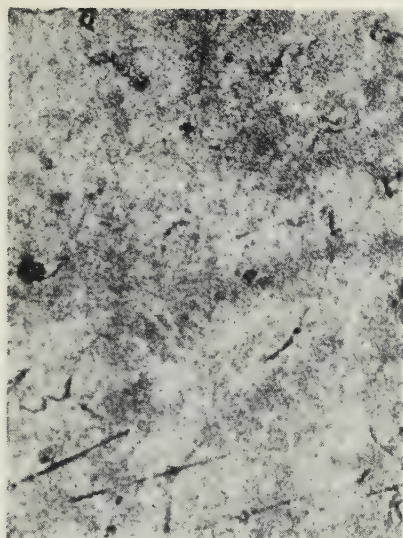
Nous appellerons L_{fa} la densité des alignements visibles à la température d'apparition θ_a ; aux différentes températures θ_a elle est égale à :

$$L_{fa} = 150 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$$

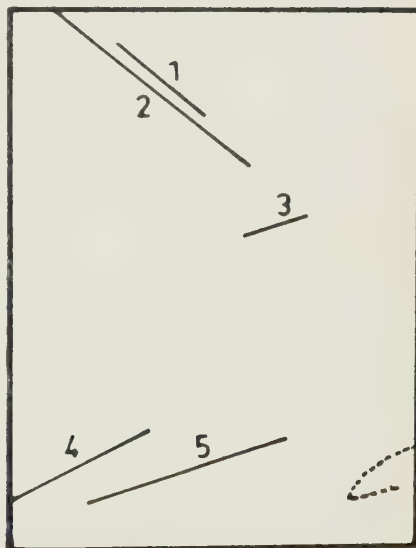
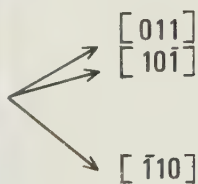
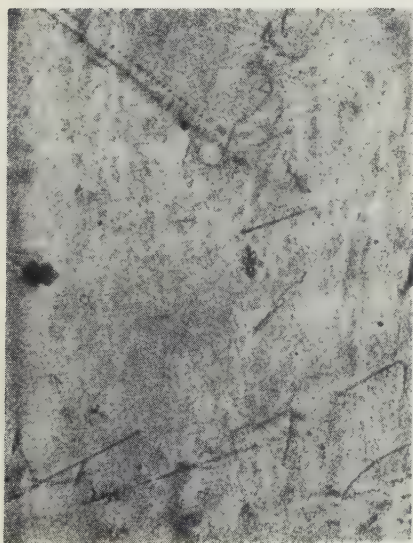
Pour un même cristal les alignements qui apparaissent sont toujours situés en même position ; certains peuvent cependant ne pas réapparaître quand le cristal est de nouveau refroidi jusqu'à une température θ_a : c'est en particulier le cas si une dislocation courbe originelle est située à l'endroit où il devrait réapparaître. Ainsi, sur les topogrammes 3-3 et 3-4 réalisés sur le cristal A, après refroidissement jusqu'aux températures θ_a respectivement égales à 319 et 270°C, l'alignement 6 n'apparaît que sur le topogramme 3-3 ; à l'emplacement de ce dernier sur le topogramme 3-4 on remarque la présence d'une dislocation originelle courbe.

3.5 - ZONE 2.

Dans la zone 2, pour une température initiale θ_i donnée, on constate d'une part que la densité finale d'alignements visibles L_{fv} et d'autre part que le rayon des boucles dont la taille est la plus élevée, $r_{fmax}(\infty)$, obtenu après un temps de maintien long à la température θ_f , sont des fonctions de θ_f . Par exemple nous indiquons au Tableau 3-2 les valeurs de L_{fv} et de $r_{fmax}(\infty)$ obtenues sur le cristal A après des refroidissements depuis 290° C jusqu'aux températures finales respectivement égales à 270, 220, 190, 150 et 20° C. Pour chaque valeur de θ_f le numéro du topogramme correspondant est indiqué.



topogramme 3-3 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 329°C jusqu'à la température finale θ_a égale à 319°C (x 27).



topogramme 3-4 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 290°C jusqu'à la température finale θ_a égale à 270°C (x 27).

θ_f °C	$\theta_a = 270$	220	190	150	20
L_{fv} cm cm ⁻³	150 ± 50	500 ± 100	1500 ± 200	> 10 ⁴	> 10 ⁴
$r_{fmax}^{(\infty)}$ μm	15	20	25	< 15	< 15
topogramme	3-4	3-5	3-6	3-7	≡ 3-7

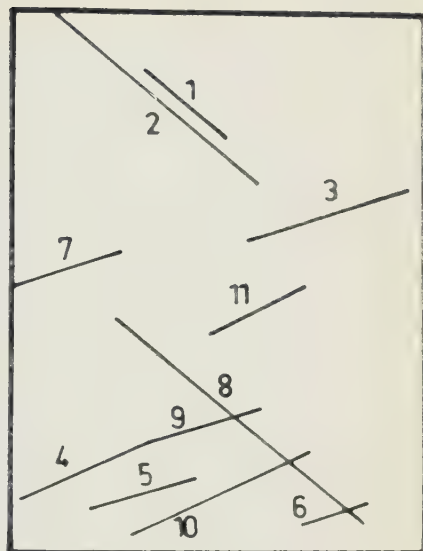
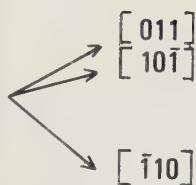
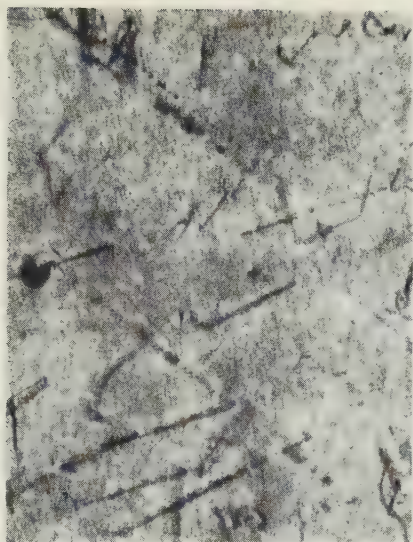
T A B L E A U 3-2

A 150 et 20° C les valeurs de L_{fv} et de $r_{fmax}^{(\infty)}$ ne peuvent pas être déterminées avec précision car il apparaît dans le cristal un fond continu non résolu par la technique d'observation aux rayons X (topogramme 3-7).

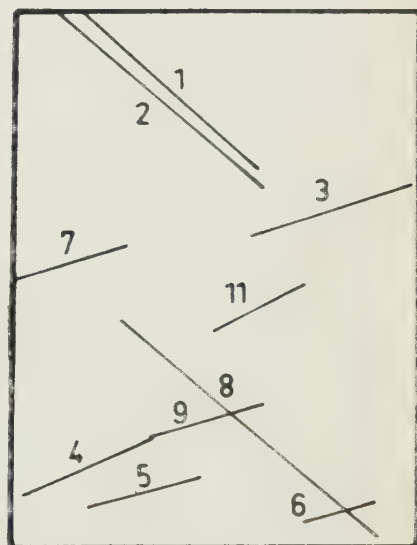
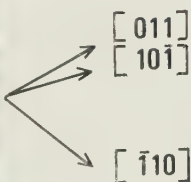
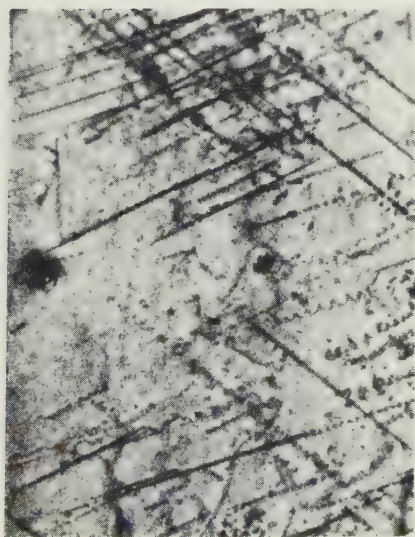
Les courbes de variation de L_{fv} et de $r_{fmax}^{(\infty)}$ en fonction de la différence ($\theta_i - \theta_f$) sont indiquées sur les figures 3-5 et 3-6 pour des refroidissements à partir de températures initiales respectivement égales à 290 et 345° C (courbes (a) et (b)) ; les parties en pointillés des courbes (a) correspondent à des domaines où l'on peut uniquement indiquer l'allure de la courbe de variation par suite du manque de précision sur les valeurs correspondantes de L_{fv} et de $r_{fmax}^{(\infty)}$; les parties en tirets des courbes (b) sont relatives à des valeurs de L_{fv} et de $r_{fmax}^{(\infty)}$ obtenues dans la zone 3. On constate que dans la zone 2 la densité L_{fv} augmente lorsque la différence ($\theta_i - \theta_f$) croît et que le rayon final maximal obtenu au bout d'un temps de maintien long $r_{fmax}^{(\infty)}$ passe par une valeur maximale, la décroissance de $r_{fmax}^{(\infty)}$ n'est pas observée lorsque la température finale atteint la zone 3.

L'augmentation de densité L_{fv} est due principalement à l'apparition de nouveaux alignements ; ainsi sur le topogramme 3-6 réalisé à 190° C, on retrouve non seulement 10 des 11 alignements obtenus à des températures finales plus élevées, mais en plus il apparaît de nouveaux alignements. De même, parmi le fond continu (topogramme 3-7), on peut distinguer quelques alignements plus intenses en position identique à ceux obtenus précédemment.

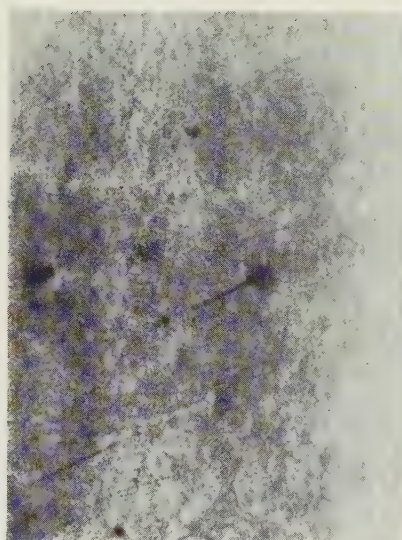
La cinétique de croissance des boucles au cours du maintien à la température θ_f n'a pas pu être étudiée avec précision par suite des conditions d'obtention des topogrammes à la vitesse de translation de 1 mm/h. Cependant, à 190° C après



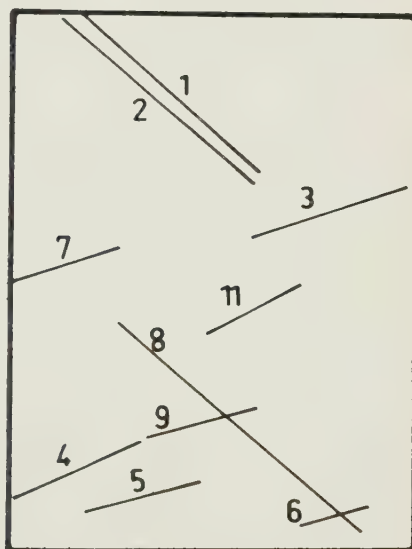
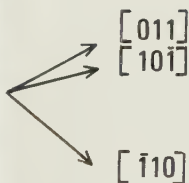
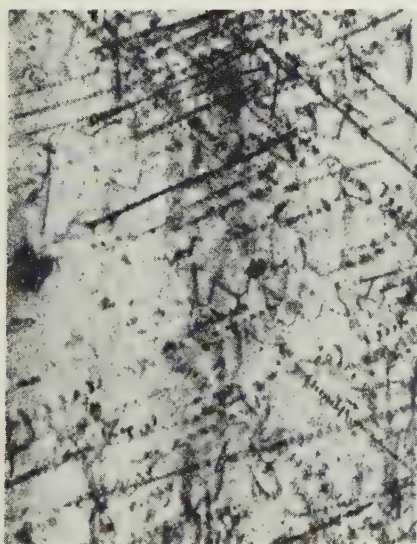
topogramme 3-5 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ depuis 290°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 220°C (x 27).



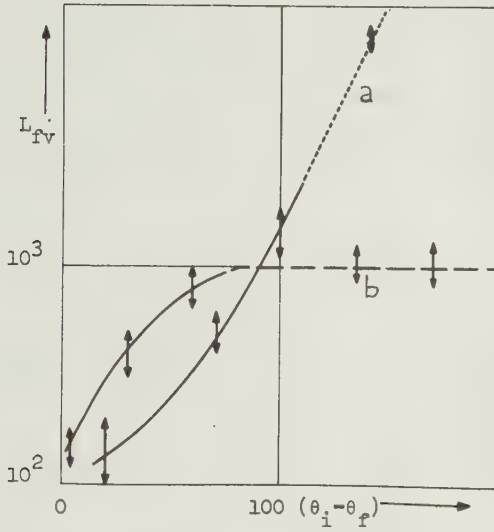
topogramme 3-6 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ depuis 290°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 190°C , ce topogramme a été obtenu entre 0,5 et 2,5 h après le début du refroidissement (x 27).



topogramme 3-7 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 290°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 150°C (x 27).



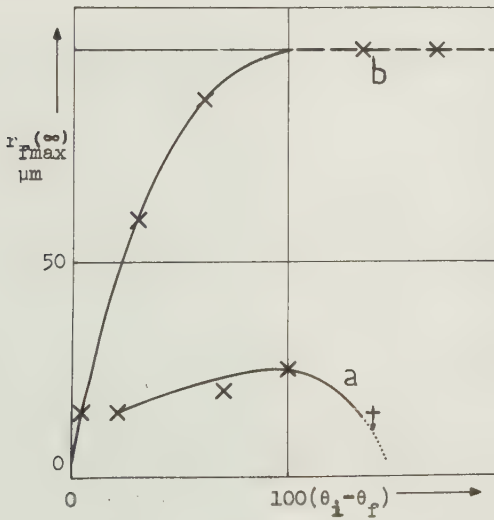
topogramme 3-8 : topogramme ($1\bar{1}\bar{1}$) réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 290°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 190°C ; ce topogramme a été obtenu entre 8 et 10 h après le début du refroidissement (x 27).



(a) $\theta_i = 290^\circ\text{C}$

(b) $\theta_i = 345^\circ\text{C}$

Fig. 3-5 - Variation de la densité finale des alignements visibles L_{fv} en fonction de la différence $(\theta_i - \theta_f)$.



(a) $\theta_i = 290^\circ\text{C}$

(b) $\theta_i = 345^\circ\text{C}$

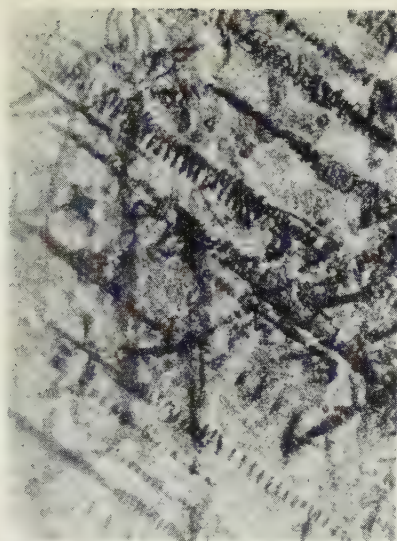
Fig. 3-6 - Variation du rayon final maximal $r_{fmax}^{(\infty)}$ en fonction de la différence $(\theta_i - \theta_f)$ pour des refroidissements.

refroidissement depuis 290° C nous avons constaté que les premiers alignements commencent à être visibles une demi-heure environ après le début du maintien et que la configuration finale est atteinte au bout d'une dizaine d'heures environ. Ainsi, sur les topogrammes 3-8 et 3-6 réalisés à 190° C respectivement entre 0,5 et 2,5 h et entre 8 et 10 h., on remarque que le rayon des boucles et la distance qui les sépare ont augmenté, *par exemple alignements 5 et 8*, et on note que les boucles situées près de la surface sont de plus petite taille *par exemple extrémité gauche de l'alignement 5*.

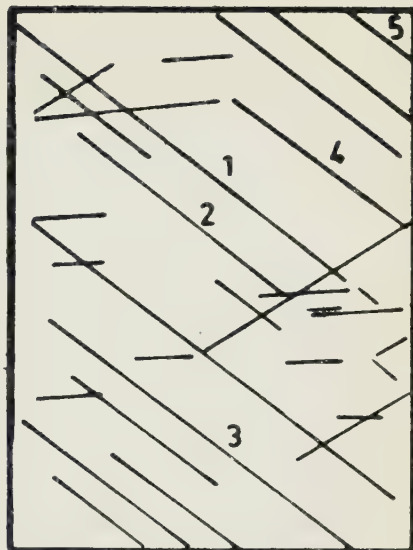
3.6 - ZONE 3.

Dans la zone 3 on constate que la densité finale des alignements visibles L_{fv} et que le rayon final maximal $r_{fmax}^{(\infty)}$ sont approximativement constants, quelle que soit la température finale θ_f pour une température initiale donnée ; par exemple L_{fv} et $r_{fmax}^{(\infty)}$ sont respectivement égaux à 1000 cm cm⁻³ et 100 μm après un refroidissement depuis 345°C (parties en tirets des courbes b sur les figures 3-5 et 3-6) ; aux basses températures, inférieures à 150°C, le rayon final maximal ne peut pas être atteint en un temps limité à quelques jours. Sur les topogrammes 3-9 et 3-10 réalisés sur le cristal B, le premier au cours du refroidissement de 345 à 212°C et au début du maintien à cette température, le second au cours du maintien à 20°C après le refroidissement depuis 345°C, on remarque que 80% des alignements sont en même position et on note parfois la présence d'une dislocation courbe originelle à l'emplacement d'un alignement qui ne réapparaît pas ; par exemple à l'emplacement de l'alignement 5 sur le topogramme 3-10.

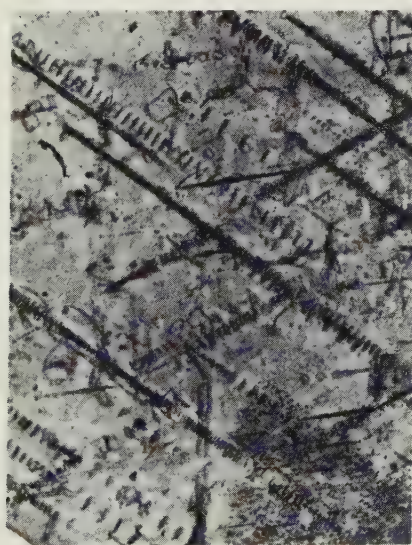
Sur le topogramme 3-9, on constate que des alignements se sont développés au cours du refroidissement et d'autres au cours du maintien à 212° C ; ainsi l'alignement 1 apparaît net dès la fin du refroidissement et n'évolue plus ensuite, les alignements 2 et 3 n'apparaissent nets qu'au bout d'une heure et d'autres, tels que 4, donnent des images encore floues 2 heures après. Sur ce topogramme et sur celui réalisé aussitôt après, on constate que les alignements dont la croissance est terminée très rapidement ont des boucles de diamètre important et constant le long de l'alignement tandis que pour les autres le diamètre est plus faible et décroît au fur et à mesure que les boucles sont plus proches de la surface du cristal, *par exemple extrémité droite de l'alignement 3*. Nous ferons l'hypothèse que les différents aspects des alignements 2 et 3 observés sur le topogramme de translation sans retour représentent toutes les configurations qu'ils ont prises ; nous supposons



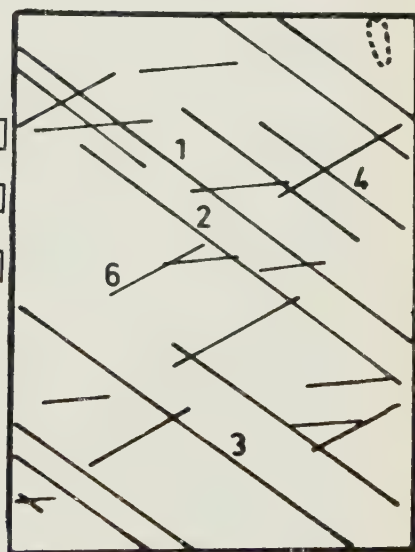
$[011]$
 $[10\bar{1}]$
 $[\bar{1}10]$



topogramme 3-9 : topogramme $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisé sur le monocristal d'aluminium B au cours et après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 345°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 212°C ($\times 20$).



$[011]$
 $[10\bar{1}]$
 $[\bar{1}10]$



topogramme 3-10 : topogramme $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisé sur le monocristal d'aluminium B après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h depuis 345°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 20°C ($\times 20$).

de plus que tous les alignements suivent la même évolution. Il est alors possible de schématiser les configurations instantanées des alignements dont le développement s'est effectué à des stades différents, tels que 1, 2 ou 3 et 4 (topogramme 3-9) ; ces configurations instantanées ont été choisies 0,5 h , 1 h et 2 h après le début du refroidissement (fig. 3-7).

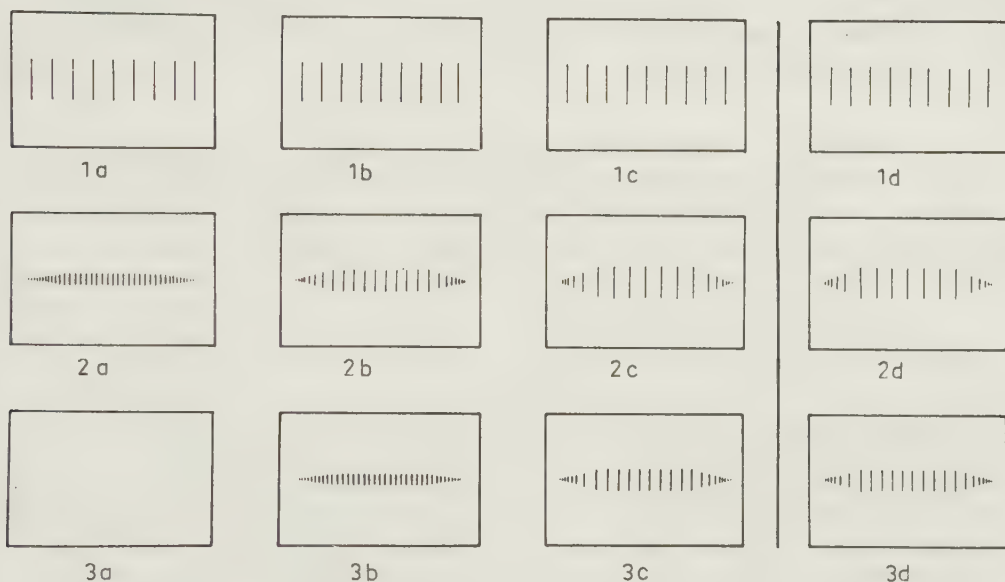


Fig. 3-7 - Schémas des configurations instantanées de trois alignements dont les développements se sont effectués à des temps différents au cours et après refroidissement depuis 345°C jusqu'à 212°C ; ces configurations instantanées ont été obtenues 0,5h, 1h et 2h après le début du refroidissement.

Les trois schémas relatifs à l'alignement 1 sont identiques (1 a, 1 b et 1 c, fig. 3-7), le rayon des boucles est important et il est constant le long de l'alignement. Le rayon des boucles des alignements 2 ou 3 augmente durant une heure environ puis devient constant (2a, 2b et 2c, fig. 3-7), les boucles sont alors de plus petite taille et le rayon des boucles diminue au fur et à mesure qu'elles sont situées plus près de la surface du cristal. La configuration de l'alignement 4 ne peut pas être précisée au bout de 0,5 h car la partie correspondante n'a pas été enregistrée à ce moment là ; les boucles croissent entre les schémas 3b et 3c (fig. 3-7). Un topogramme réalisé aussitôt après montre qu'aucune évolution ne s'est

produite pour les alignements précédents (1d, 2d, 3d - fig. 3-7).

3.7 - TRANSFORMATION DES ALIGNEMENTS DE BOUCLES.

Au bout d'un temps suffisamment long, lorsque la température finale est supérieure à 180°C , les alignements se transforment en une configuration de dislocations courbes. Le temps nécessaire à cette transformation est d'autant moins long que la température est plus élevée.

A 182°C la configuration évolue très peu en 48 h : les boucles qui étaient perpendiculaires à la direction de leur alignement tendent à s'incliner : ainsi on constate que la deuxième boucle d'un alignement presque parallèle à la surface du cristal est vue de champ au bout de 40 h de maintien à 182°C (topogramme 3-11 a).

A 212°C , en 24 h, la configuration des alignements évolue de façon plus marquée : l'inclinaison des boucles est plus importante et les interactions entre boucles inclinées et entre boucles d'alignements voisins conduisent à des lignes grossièrement hélicoïdales (topogrammes 3-11 b et 3-11 c).

On constate que l'évolution des boucles initialement coaxiales s'effectue tout d'abord par déplacement sur leur cylindre de glissement, puis, par montée, certaines tendent à se placer dans un plan $\{110\}$ à 30 degrés de la direction de leur vecteur de Burgers : deux de leurs côtés sont parallèles à l'intersection $\langle 112 \rangle$ de leur plan et d'un des plans $\{111\}$ de glissement et les deux autres ont une direction voisine de la normale à ce plan de glissement ; ainsi la boucle inclinée placée au milieu du topogramme 3-11 c est située dans un plan $(10\bar{1})$, ses côtés étant parallèles aux directions $[\bar{1}2\bar{1}]$ et $[111]$, elle est du même type que les grosses boucles observées par FREMIOT et al. (1967) après recuit.

Afin d'accélérer la transformation de cette configuration d'alignements de boucles, nous avons porté le cristal précédent de 212 à 285°C . On constate que les lignes de dislocations grossièrement hélicoïdales s'étalent et s'enchevêtrent en donnant un réseau dense (topogramme 3-12 a). Les dislocations continuent à se déplacer, interagissent entre elles et certaines disparaissent à la surface ; la densité des dislocations décroît et elle n'est plus que de 1000 cm cm^{-3} au bout de 90 h (topogramme 3-12 b). Au cours de cette dernière phase, nous avons pu suivre des évolutions particulières (topogramme 3-13) : une dislocation grossièrement hé-



a



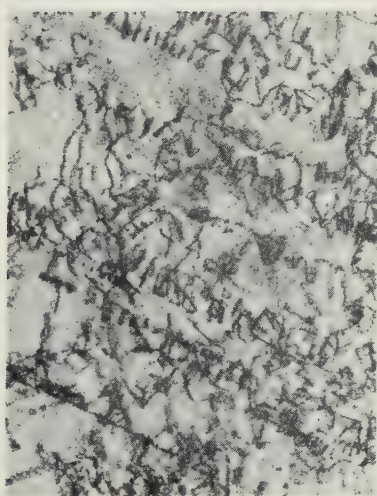
b



c

topogrammes 3–11 : topogrammes $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisés sur le monocristal d'aluminium B après des refroidissements à la vitesse de $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ depuis 345°C . On remarque les évolutions des alignements de boucles peu inclinés sur les faces du cristal

- a) après 40 h de maintien à 182°C ;
- b) après 10 h de maintien à 212°C ;
- c) après 16 h de maintien à 212°C (x 35).



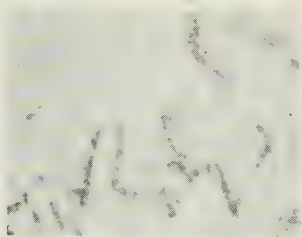
a



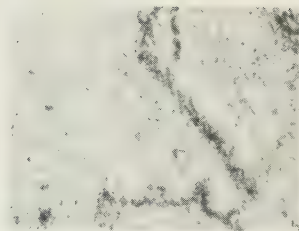
b

topogrammes 3–12 : topogrammes $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisés sur le monocristal d'aluminium B après un refroidissement à la vitesse de $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ de 345°C à 212°C suivi d'une montée de température jusqu'à 285°C

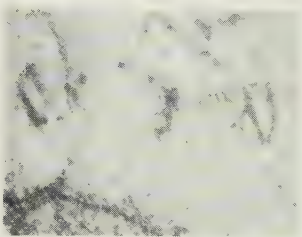
- a) 28 h environ après le début du refroidissement ;
- b) 90 h environ après le début du refroidissement (x 25).



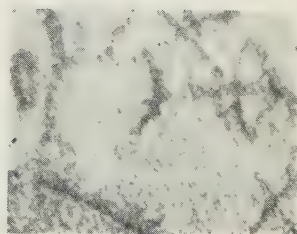
a



b



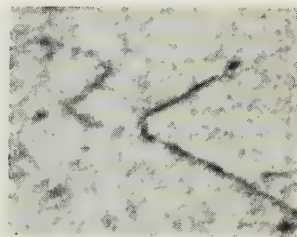
c



d



e



f

topogrammes 3—13 : topogrammes ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) réalisés sur le monocristal d'aluminium B après un refroidissement à la vitesse de 400°C/h de 345°C à 212°C suivi d'une montée de température jusqu'à 285°C

- a) 40 h après le début du refroidissement ;
- b) 64 h ; c) 70 h ; d) 88 h ; e) 72 h et f) 90 h (x 50).

licoïdale disparaît à la surface du cristal (a et b) ; des boucles grossissent (c et d) et disparaissent à la surface ; des dislocations voisines s'attirent et interagissent (e et f).

CHAPITRE 4

DISCUSSION

4.1 - CONCENTRATION DES LACUNES ET NOMBRE DE SAUTS EFFECTUES PAR LES LACUNES.

4.1.1 - Concentration des lacunes.

La concentration atomique C des lacunes à l'équilibre thermodynamique est donnée par la relation :

$$C = \exp \frac{S_f}{k} \exp - \frac{E_f}{kT}$$

T est la température absolue

k la constante de Boltzmann

S_f l'entropie de formation des lacunes

E_f l'énergie de formation des lacunes

avec S_f et E_f respectivement égaux à 1,7 k et 0,72 eV (JANOT et al., 1968).

La différence de concentration et le rapport des concentrations entre deux températures θ_i et θ en °C seront respectivement notés par ΔC et S ; sur un graphique ayant pour ordonnée la température initiale θ_i et pour abscisse la différence ($\theta_i - \theta$) nous avons tracé les familles de courbes à ΔC constant et à S constant (fig. 4-1).

4.1.2 - Nombre de sauts effectués par les lacunes.

Au cours de leur migration, les lacunes effectuent par seconde, à la température T, un nombre de sauts n donné par la relation (ADDA et al., 1966) :

$$n = Z v_0 \exp \frac{S_m}{k} \exp - \left(\frac{E_m}{kT} \right)$$

Lorsque la température du cristal varie linéairement avec la vitesse v entre deux températures T_i et T, le nombre de sauts m effectués est donné par la relation :

$$m = \frac{1}{v} Z v_0 \exp \frac{S_m}{k} \int_{T_i}^T \exp - \left(\frac{E_m}{kT} \right) dT \quad (4-1)$$

Z est le nombre de coordinance.

ν_0 la fréquence de Debye

S_m l'entropie de migration des lacunes

E_m l'énergie de migration des lacunes.

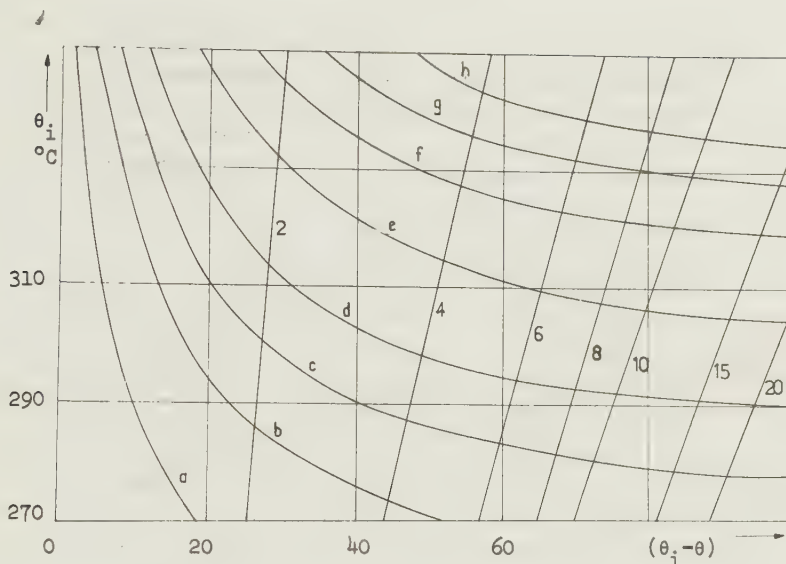


Fig. 4-1 - Famille de courbes pour lesquelles la différence ΔC des concentrations atomiques des lacunes entre deux températures θ_i et θ , est constante : (a) $0,5 \cdot 10^{-6}$; (b) 10^{-6} ; (c) $1,5 \cdot 10^{-6}$; (d) $2 \cdot 10^{-6}$; (e) $3 \cdot 10^{-6}$; (f) $4 \cdot 10^{-6}$; (g) $5 \cdot 10^{-6}$ et (h) $6 \cdot 10^{-6}$. Famille de courbes pour lesquelles le rapport S des concentrations atomiques de lacunes entre deux températures θ_i et θ est constant. Les valeurs des sursaturations S sont indiquées sur le graphique.

De nombreuses valeurs pour l'énergie de migration des lacunes dans l'aluminium pur ont été proposées par différents auteurs ; il semble que l'on puisse expliquer ces différences en tenant compte d'une part de la nature des défauts ponctuels qui migrent et d'autre part de la température à laquelle l'énergie de migration est déterminée.

Par des mesures de résistivité une énergie de migration peut être obtenue au cours du stade Q_1 de revenu des défauts ponctuels dans des fils d'aluminium trempé depuis une température θ_q ; la mesure est effectuée dans un domaine de température limité compris entre -50 et $+50^\circ \text{C}$ environ. Sur le tableau 4-1 nous indiquons dif-

férentes valeurs de l'énergie de migration, la température θ_q depuis laquelle les fils sont trempés et la référence de la mesure. Ce tableau est extrait d'un article de FEDERIGHI (1965).

Energie de migration eV	θ_q °C	Références
0,45 ± 0,03	400	PANSERI et al. (1958)
0,37 ± 0,07	470	"
0,42 ± 0,02	550	"
0,58 ± 0,03	600	"
0,37 ± 0,03	550	DE SORBO et al. (1957)
0,55 ± 0,05	332	"
0,60 ± 0,05	284	DE SORBO et al. (1957)
0,65 ± 0,06	284-300	"
0,35 ± 0,03	450	DETERT et al. (1961)
0,40 ± 0,03	450	"
0,53 ± 0,04	400	FEDERIGHI (1965)
0,48 ± 0,04	550	"
0,58 ± 0,02	600	"
0,55 ± 0,03	350	KINO et al. (1963)
0,62 ± 0,02	600	ZAMBONI et al. (1963)
0,52	400	DOYAMA et al. (1964)
0,60 ± 0,02	301	"
0,45 ± 0,02	503	"

T A B L E A U 4-1

Sur la figure 4-2 nous avons reporté les différentes valeurs de l'énergie de migration en fonction de la température θ_q .

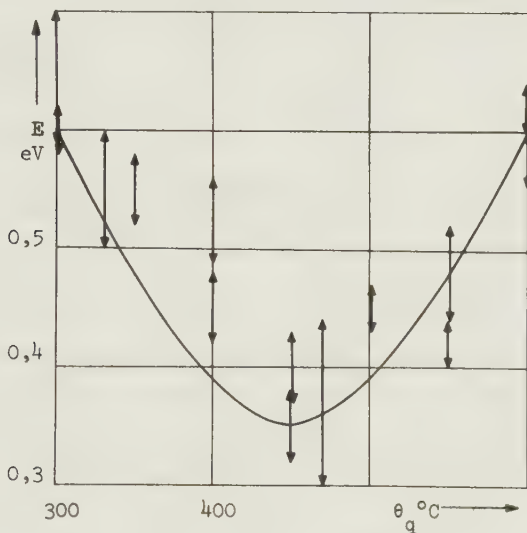


Fig. 4-2 - Energie E de migration des défauts ponctuels déterminée dans le stade Q, de revenu en fonction de la température θ_q depuis laquelle des fils d'aluminium sont trempés.

On constate que l'énergie de migration des défauts ponctuels retenus par trempe depuis une basse température est égale à $0,60 \pm 0,05$ eV ; elle est inférieure à cette valeur pour les températures de trempe moyennes et pour les températures de trempe élevées elle est de nouveau égale à 0,60 eV. FEDERIGHI (1965) attribue ces différences à la nature différente des défauts retenus suivant la valeur de la température θ_q et il pense que 0,60 eV correspond à l'énergie de migration des monolacunes, cette valeur étant déterminée entre -50 et $+50^\circ$ C.

Par d'autres techniques on peut obtenir l'énergie de migration des défauts ponctuels soit par une mesure directe, soit par l'intermédiaire de l'énergie d'auto-diffusion. Compte-tenu de la valeur de l'énergie de formation E_f , nous indiquons au tableau 4-2 les valeurs de l'énergie de migration déterminée par différents au-

teurs en précisant le domaine de température dans lequel cette mesure a été effectuée et la technique utilisée.

Energie de migration eV	Température °C	Technique	Références
0,76	450-650	Al^{26}	LUNDY et al.(1962)
0,68	360-520	R.M.N	SPOKAS et al.(1959)
0,67	480-630	Diffusion sous gradient thermique	SWALIN et al.(1967)
0,60	330-460	R.M.N	STOEBE et al.(1965)
0,59	85-209	Recuit de cavités	VOLIN et al. (1968)
0,58	~ 100	Résistivité du métal écroui	WINTENBERGER (1956)

T A B L E A U 4-2

Sur la figure 4-3 nous avons représenté les différentes valeurs de l'énergie de migration en fonction de la température moyenne à laquelle les mesures ont été effectuées.

On constate que l'énergie de migration est d'autant plus forte que la température est plus élevée. Compte-tenu de valeurs raisonnables prises pour l'énergie de liaison entre lacunes, STOEBE et al. (1968 et 1969) ont montré que les défauts qui migraient étaient nécessairement des monolacunes et ils ont interprété la variation de l'énergie de migration par des considérations thermodynamiques. Sur la figure 4-3 on remarque que pour des températures inférieures à 300° C l'énergie de migration des monolacunes est voisine de 0,60 eV, résultat qui est parfaitement en accord avec la valeur obtenue par résistivité ; aussi, pour interpréter nos résultats expérimentaux effectués dans le même domaine de température, nous avons pris 0,60 eV pour l'énergie E_m de migration des lacunes. Compte-tenu de ce choix et des valeurs proposées pour le coefficient préexponentiel D_0 , nous avons adopté la valeur 1 pour $\exp \frac{S_m}{k}$.

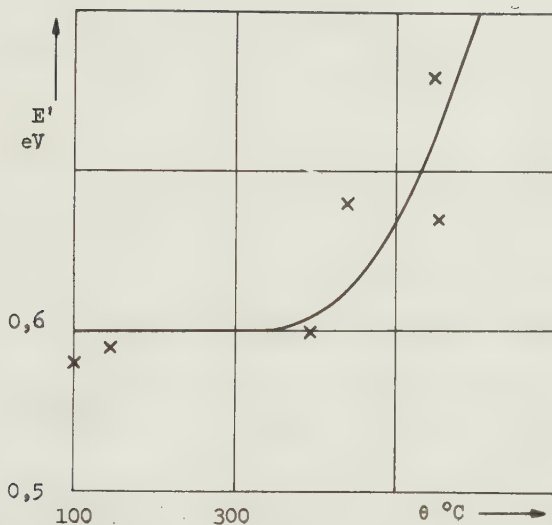


Fig. 4-3 - Energie E' de migration des défauts ponctuels en fonction de la température moyenne θ à laquelle la mesure a été effectuée.

Sur un graphique ayant pour ordonnée la température initiale θ_i et pour abscisse la différence $(\theta_i - \theta)$, nous avons tracé les courbes correspondant à des nombres de sauts effectués m constants au cours de refroidissement à la vitesse de 400° C/h .

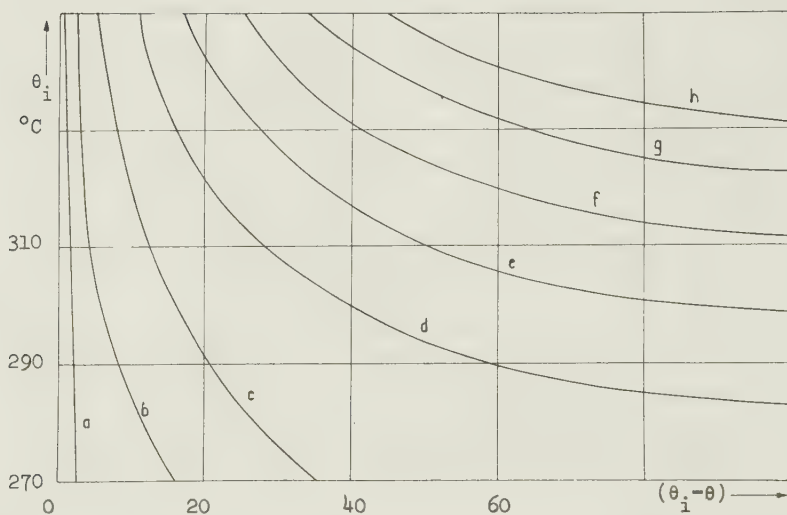


Fig. 4-4 - Famille de courbes pour lesquelles le nombre m de sauts effectués au cours des refroidissements à la vitesse de 400°C/h est constant : (a) 10^{10} ; (b) $5 \cdot 10^{10}$; (c) 10^{11} ; (d) $2 \cdot 10^{11}$; (e) $3 \cdot 10^{11}$; (f) $4 \cdot 10^{11}$; (g) $5 \cdot 10^{11}$ et (h) $6 \cdot 10^{11}$.

4.2 - CONSIDERATIONS GEOMETRIQUE ET CINETIQUE SUR LES Puits DE LACUNES.

Nous considèrerons tout d'abord le cas où respectivement la surface du cristal, les dislocations originelles courbes et les boucles alignées sont les seuls puits de lacunes et ensuite le cas où plusieurs types de puits coexistent.

4.2.1 - La surface.

Lorsqu'elle n'est pas oxydée, la surface de la plaquette monocristalline d'épaisseur l est un puits de lacunes que nous supposons parfait.

La concentration de lacunes $C(x,t)$ satisfait à l'équation de la diffusion :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$

D est le coefficient de diffusion des lacunes.

Les conditions aux limites suivantes doivent être satisfaites :

$$C(-\frac{\ell}{2}, t) = C(\frac{\ell}{2}, t) = C_f$$

$$\text{et} \quad C(x, 0) = C_i$$

C_i et C_f sont respectivement les concentrations atomiques initiale et finale des lacunes.

La solution est donnée par la relation (CRANK, 1957)

$$C = C_f + \frac{1}{\pi} (C_i - C_f) \sum_{m=0}^{\infty} \frac{(-1)^m}{2m+1} \cos(2m+1) \frac{\pi x}{\ell} \exp - \left(\frac{t}{\tau_{s, 2m+1}} \right)$$

$$\text{avec} \quad \tau_{s,p} = \frac{\ell^2}{p^2 \pi^2 D}$$

A un instant t la courbe qui représente la variation de la concentration de lacunes en fonction de la distance x au centre du cristal est reproduite à la figure 4-5.

Le nombre de lacunes éliminées par unité de surface $M_s(t)$ au bout d'un temps t est donné par la relation :

$$M_s(t) = - \frac{2D}{a^3/4} \int_0^t \left[\frac{\partial C}{\partial x} \right]_{x=\frac{\ell}{2}} dt$$

$$\text{d'où} \quad M_s(t) = \frac{\ell}{a^3/4} (C_i - C_f) \left(1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{m=0}^{\infty} \frac{1}{(2m+1)^2} \exp - \left(\frac{t}{\tau_{s, 2m+1}} \right) \right)$$

a est le paramètre cristallin.

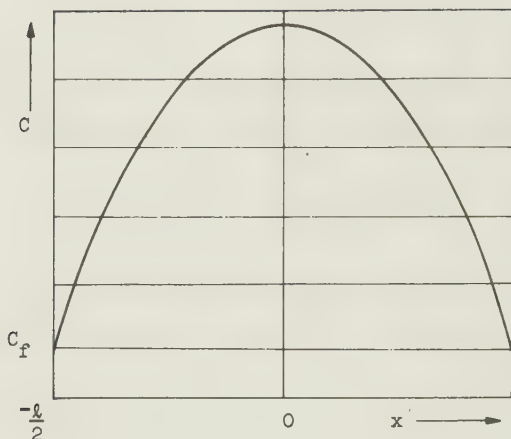


Fig. 4-5 - Variation, à un instant t , de la concentration C de lacunes en fonction de la distance x au centre du cristal.

Dans la sommation nous remarquons que le terme préexponentiel le plus important et la constante de temps la plus grande sont relatifs à la valeur 0 pour l'indice m . L'élimination des lacunes sera donc contrôlée par la constante de temps $\tau_{s,1}$ et 70% environ des lacunes sont absorbées au bout d'un temps t égal à $\tau_{s,1}$:

$$\tau_{s,1} = \frac{l^2}{\pi^2 D}$$

avec
$$D = v_0 a^2 \exp \frac{S_m}{k} \exp - \left(\frac{E_m}{kT} \right)$$

ou
$$D = \frac{a^2}{Z} n$$

Pendant le temps $\tau_{s,1}$ à la température T un nombre moyen de sauts $\bar{n}_s$ est effectué par les lacunes :

$$\bar{n}_s = n \tau_{s,1}$$

$$\text{et} \quad \bar{n}_s = \frac{Z}{\pi a^2} l^2$$

On remarque que le nombre moyen de sauts $\bar{n}_s$ est un paramètre géométrique indépendant du temps et de la température.

Les valeurs de $\bar{n}_s$ correspondant à différentes épaisseurs l sont indiquées au tableau 4-3 :

$l \text{ } \mu\text{m}$	800	400	200	100
$\bar{n}_s \approx$	$4,7 \cdot 10^{12}$	$1,2 \cdot 10^{12}$	$2,9 \cdot 10^{11}$	$7,3 \cdot 10^{10}$

T A B L E A U 4-3

4.2.2 - Les dislocations originelles courbes.

Les dislocations originelles courbes sont des puits pour les lacunes : en microscopie électronique on constate que des échantillons d'aluminium trempé et recuit sont dépourvus de boucles isolées au voisinage des dislocations. SEIDMAN et al. (1965) ont mis en évidence leur rôle dans la cinétique de retour à l'équilibre de la concentration des lacunes dans des fils d'or trempé. Nous supposons que les dislocations originelles sont des puits parfaits.

Afin d'obtenir un ordre de grandeur du nombre de lacunes $M_d(t)$ absorbées par unité de longueur de dislocation au bout d'un temps t , nous remplacerons cette configuration de dislocations courbes par des dislocations rectilignes, parallèles, réparties uniformément et de même densité N_i (BALLUFFI et al., 1965). La concentration de lacunes $C(\rho, t)$ est solution de l'équation de la diffusion :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial C}{\partial \rho} \right) \right)$$

avec les conditions aux limites :

$$\left[\frac{\partial C(\rho, t)}{\partial \rho} \right]_{\rho = \frac{1}{\sqrt{\pi N_i}}} = 0$$

$$C(b,t) = C_f$$

$$\text{et} \quad C(\rho,0) = C_i$$

b est le vecteur de Burgers.

On obtient pour la concentration moyenne $\bar{C}(t)$ à l'instant t (BALLUFFI et al., 1965)

$$\bar{C}(t) = C_f + (C_i - C_f) \exp - \left(\frac{t}{\tau_d}\right)$$

τ_d est donné par la relation :

$$\tau_d = \frac{\ln \frac{1}{b\sqrt{\pi} N_i}}{2\pi D N_i}$$

On en déduit que le nombre de lacunes $M_d(t)$ absorbées par unité de longueur de dislocation au bout d'un temps t est donné par la relation :

$$M_d(t) = - \frac{1}{N_i a^3 / 4} \int_0^t \frac{\partial \bar{C}}{\partial t} dt$$

d'où

$$M_d(t) = \frac{1}{N_i} \frac{C_i - C_f}{a^3 / 4} \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_d}\right)\right)$$

Au bout d'un temps t égal à τ_d , 65% des lacunes sont éliminées et le nombre moyen de sauts $\bar{n}_d$ effectués par les lacunes est donné par la relation :

$$\bar{n}_d = n \tau_d$$

$$\bar{n}_d = \frac{Z}{2\pi a^2} \frac{\ln \frac{1}{b\sqrt{\pi} N_i}}{N_i}$$

d'où

On remarque que $\bar{n}_d$ est un paramètre uniquement géométrique. La variation de $\bar{n}_d$ en fonction de la densité N_i , pour des valeurs de N_i comprises entre 10^2 et 10^5 cmcm^{-3} est représentée à la figure 4-6.

L'absorption d'un nombre dM_d de lacunes par unité de longueur provoque la montée des dislocations :

$$dM_d = \frac{d\vec{S} \cdot \vec{b}}{a^3 / 4}$$

$\vec{dS}$ est le vecteur normal à la surface dS balayée au cours de la montée et de module égal à dS .

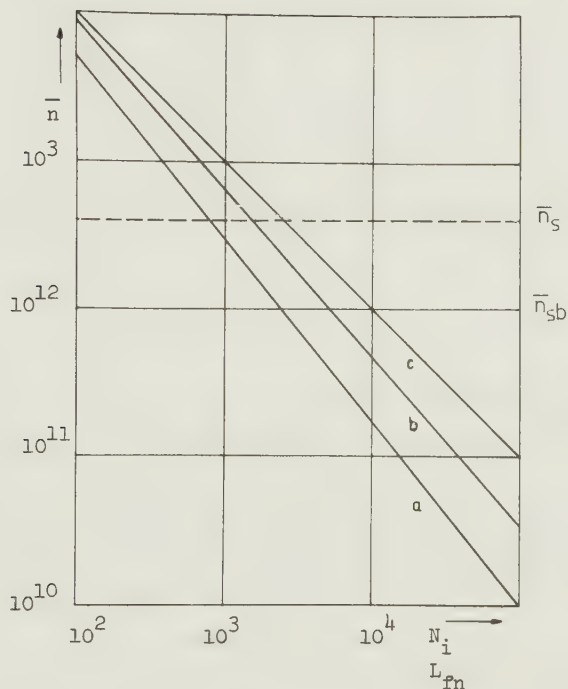


Fig. 4-6 - Variation d'une part du nombre moyen de sauts $\bar{n}_d$ en fonction de la densité N_i des dislocations courbes originelles (courbe a) et, d'autre part, du nombre moyen de sauts $\bar{n}_b$ en fonction de la densité L_{fn} des alignements nucléés pour deux valeurs du rayon r des boucles respectivement égales à $1 \mu m$ (courbe b) et $10 \mu m$ (courbe c). La valeur du nombre moyen $\bar{n}_s$ est représentée par une courbe en tirets et la valeur du nombre moyen $\bar{n}_{sb}$ coïncide avec la valeur 10^{12} de l'ordonnée.

Si l'on suppose toutes les dislocations de type coin, l'amplitude finale d_f de montée au bout d'un temps très long est égale à :

$$d_f = \frac{C_i - C_f}{N_i a / \sqrt{2}}$$

Nous indiquons au tableau 4-4 quelques valeurs de l'amplitude de montée d_f , exprimée en microns, en supposant que toutes les lacunes sont absorbées par les dislocations de densité N_i lorsqu'un cristal est refroidi depuis différentes températures θ_i jusqu'à des températures finales telles qu'on puisse négliger C_f devant C_i

θ_i °C N_i cm cm ⁻³	350	300	250	200	150
10^2	$3,2 \cdot 10^4$	10^4	2500	470	56
10^3	$3,2 \cdot 10^2$	10^3	250	47	5,6
10^4	320	10^2	25	4,7	0,56
10^5	32	10	2,5	0,47	0,05

T A B L E A U 4-4

Nous remarquerons que les déplacements inférieurs à 15 μm environ ne sont pas décelables sur les topogrammes.

Les valeurs de d_f donnent un ordre de grandeur des déplacements des dislocations originelles courbes car le modèle précédent les suppose toutes "coin", parallèles et réparties uniformément ; nous avons d'autre part constaté que leur mouvement n'est pas une montée pure, qu'elles peuvent rencontrer des obstacles et se bloquer ; enfin, comme nous le montrerons ultérieurement, elles ne sont pas les seuls puits de lacunes dans les cristaux que nous avons étudiés.

4.2.3 - Les boucles alignées.

Nous supposons que les boucles alignées sont de type lacunaire et qu'elles sont des puits parfaits en raison de la faible décomposition des dislocations sur leur cylindre de glissement dans l'aluminium.

Afin d'obtenir un ordre de grandeur du nombre de lacunes $M_b(t)$ absorbées par unité de longueur d'alignement au bout d'un temps t , nous remplacerons cette configuration d'alignements par des cylindres de même rayon r constant, parallèles entre eux, répartis uniformément avec une densité égale à la densité L_{fn} des alignements nucléés.

Le système d'équation à résoudre est analogue au cas précédent en remplaçant le rayon b du coeur des dislocations par le rayon r du cylindre. La concentration moyenne $\bar{C}(t)$ est donnée par la relation :

$$\bar{C}(t) = C_f + (C_i - C_f) \left(\exp - \left(\frac{t}{\tau_b} \right) \right)$$

avec

$$\tau_b = \frac{\ln \frac{1}{r \sqrt{\pi} L_{fn}}}{2\pi D L_{fn}}$$

Le nombre de lacunes $M_b(t)$ absorbées par unité de longueur au bout d'un temps t est donné par la relation :

$$M_b(t) = \frac{1}{L_{fn}} \frac{C_i - C_f}{a^3/4} \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_b} \right) \right) \quad (4-2)$$

Au bout d'un temps t égal à τ_b , 65% des lacunes sont éliminées et le nombre moyen de sauts $\bar{n}_b$ effectués par les lacunes est donné par la relation :

$$\bar{n}_b = n \tau_b$$

$$\bar{n}_b = \frac{Z}{2\pi a^2} \frac{\ln \frac{1}{2\sqrt{\pi} L_{fn}}}{L_{fn}}$$

d'où

Le nombre moyen de sauts $\bar{n}_b$ ne dépend que de paramètres géométriques. Pour deux valeurs de r respectivement égales à 1 et 10 μm , nous avons représenté la variation du nombre moyen de sauts $\bar{n}_b$ en fonction de la densité L_{fn} des alignements nucléés, pour des valeurs de L_{fn} comprises entre 10^2 et 10^5 cm cm^{-3} (fig. 4-6).

4.2.4 - Boucles isolées et cavités.

Les boucles isolées et les cavités ne peuvent pas être des puits pour les lacunes car elles sont nucléées uniquement sous une forte sursaturation obtenue après une trempe rapide depuis des températures plus élevées (SHIMOMURA et al., 1967).

4.2.5 - La surface, les alignements de boucles et les dislocations originelles.

Dans des cristaux, lorsque la densité des dislocations courbes N_i ou des alignements nucléés L_{fn} est importante, on constate que la contribution de la

surface comme puits de lacunes est faible car le nombre moyen de sauts $\bar{n}_s$, représenté par une droite en tirets sur la figure 4-6, est grand devant $\bar{n}_d$ ou $\bar{n}_b$. En revanche, pour des densités plus faibles, il est nécessaire de tenir compte de la contribution de la surface.

Après un refroidissement, nous nous proposons, dans des cas simples, d'évaluer le nombre de lacunes éliminées sur les boucles par unité de longueur d'alignement au cours du maintien à la température finale θ_f lorsque la contribution de la surface ne peut pas être négligée.

1) Nous considérerons tout d'abord le cas où les lacunes sont éliminées sur la surface extérieure et sur un alignement de boucles de rayon r constant parallèle à la surface et à égale distance des deux faces, la densité N_1 de dislocations courbes originelles étant nulle.

D'après les résultats des paragraphes précédents, on peut prévoir l'allure des courbes à concentration de lacunes constante à l'instant t dans un plan perpendiculaire à la direction de l'alignement (fig. 4-7 a). Sur la figure 4-7 b nous avons également indiqué l'allure de la variation de concentration en fonction de l'abscisse x pour trois ordonnées y respectivement égales à 0, comprises entre 0 et y_0 et supérieures à y_0 , y_0 étant repéré sur la figure 4-7 a.

En chaque point de coordonnées x et y , les lacunes sont soumises à une force $\vec{F}$ donnée par la relation (FRIEDEL, 1964) :

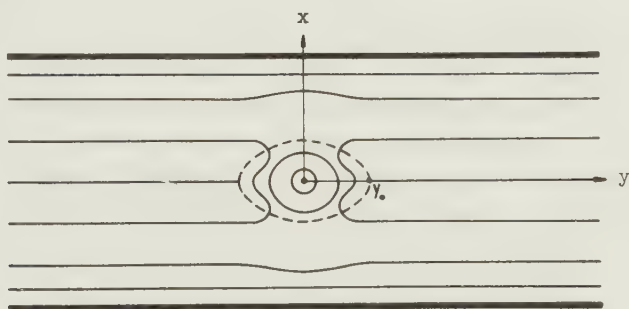
$$\vec{F} = -kT \frac{\overrightarrow{\text{grad}C}}{C}$$

Sur chaque ligne de force on peut définir un vecteur tangent unitaire $\vec{T}$ orienté, par exemple, de l'alignement central vers la surface extérieure. Le produit scalaire $\vec{F} \cdot \vec{T}$ étant négatif près du centre et positif près de la surface extérieure, il existe au moins un point M sur chaque ligne de force pour lequel le produit scalaire $\vec{F} \cdot \vec{T}$ change de signe. On peut montrer facilement que dans notre cas ce point est unique. La fonction $\vec{F}$ étant continue le long d'une ligne de force, si la fonction $\vec{T}$ est continue, au point M , la force $\vec{F}$ doit être nulle et on a :

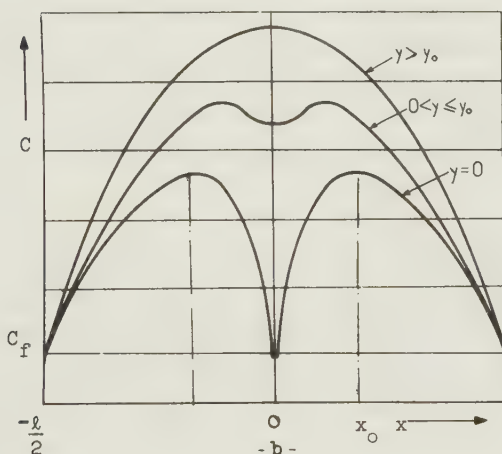
$$\left(\frac{\partial C}{\partial x}\right)_M = \left(\frac{\partial C}{\partial y}\right)_M = 0$$

ceci n'est vrai que pour les lignes de forces dirigées suivant les axes x et y et

les points M correspondants ont pour coordonnées $(\pm x_0, 0)$ et $(0, \pm y_0)$, x_0 étant défini sur la figure 4-7 b. Pour les autres lignes de force, le vecteur unitaire $\vec{T}$ présente une discontinuité au point M et en ce point la ligne de force présente un point de rebroussement.



- a -



- b -

Fig. 4-7 - a : allure des courbes à concentration de lacunes constante
b : allure de la variation de concentration de lacunes C en fonction de l'abscisse x.

Le lieu de ces points M définit une courbe dont l'allure est représentée en pointillé sur la figure 4-7 a ; cette courbe est telle que toute lacune située à l'intérieur est soumise à une force dirigée vers l'alignement central et toute lacune située à l'extérieur est soumise à une force dirigée vers la surface extérieure

Il est raisonnable de supposer qu'entre les longueurs x_0 , y_0 et l existent les inégalités :

$$x_0 < \frac{l}{4} \quad \text{et} \quad x_0 < y_0 < \frac{l}{2}$$

avec y_0 plus proche de x_0 que de $\frac{l}{2}$.

Afin d'évaluer le nombre de lacunes $M_{sb}(t)$ éliminées par unité de longueur d'alignement au bout d'un temps t , nous ferons les deux approximations suivantes :

- Les surfaces à concentration constante étant approximativement des cylindres au voisinage de l'alignement central, nous remplacerons cet alignement de boucles par un cylindre de même rayon r .

- Le calcul ne permettant pas de résoudre le problème dans cette géométrie, nous remplacerons la surface extérieure par un cylindre de rayon R égal à $\frac{l}{2}$, coaxial au précédent.

Les deux approximations précédentes tendent à augmenter les contributions comme puits de lacunes, la première des boucles alignées, la seconde de la surface extérieure. Nous ferons l'hypothèse que la valeur calculée $M'_{sb}(t)$ du nombre de lacunes éliminées à l'instant t par unité de longueur de cylindre intérieur est du même ordre que la valeur réelle $M_{sb}(t)$.

Le problème a été résolu en annexe et nous avons montré que l'on pouvait définir un cylindre coaxial de rayon ρ_0 approximativement constant au cours du temps : toute lacune située à l'intérieur de ce cylindre est éliminée sur le cylindre de rayon r et toute lacune située à l'extérieur est éliminée sur le cylindre de rayon R . Nous remarquerons que les longueurs x_0 et ρ_0 sont en première approximation égales car les courbes qui représentent les variations de la concentration de lacunes d'une part, entre l'alignement de boucles et la surface extérieure plane et, d'autre part, entre les cylindres intérieur et extérieur, ont la même allure.

Le calcul effectué en Annexe donne :

$$M_{sb}(t) \approx \pi \rho_0^2 \frac{C_i - C_f}{a^3/4} \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_{sb}} \right) \right)$$

avec
$$\tau_{sb} = \frac{(R-r)^2}{\pi^2 D}$$

et le nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ au bout duquel 65% environ des lacunes sont éliminées est donné par la relation :

$$\bar{n}_{sb} = n\tau_{sb} = \frac{Z}{\pi^2 a^2} (R-r)^2$$

Le nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ ne dépend que de paramètres géométriques.

Le rayon ρ_o est une fonction du rapport entre les rayons R et r (Tableau 6-2) et la courbe de variation du rayon ρ_o en fonction du rayon r est représentée sur la figure 4-8.

Au cours de l'élimination des lacunes, le rayon r des boucles augmente. On constate que le rayon ρ_o varie peu lorsque r prend des valeurs comprises entre 0 et 15 μm (fig. 4-8). Dans ce domaine nous prendrons une valeur moyenne ρ_{om} égale à : $\rho_{om} \approx \frac{\ell}{6}$.

La faible variation du rayon ρ_o justifie à posteriori le calcul précédent dans lequel nous avons supposé le rayon r constant.

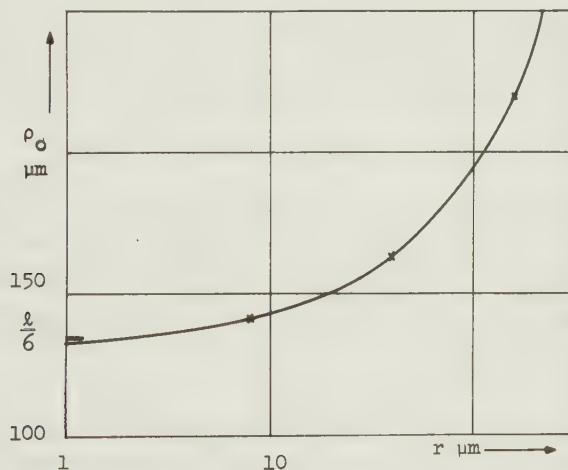


Fig. 4-8 - Variation du rayon ρ_o en fonction du rayon r du cylindre central.

Le nombre de lacunes $M_{sb}(t)$ et le nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ sont alors respectivement donnés par les relations :

$$M_{sb}(t) \approx \frac{\pi \ell^2}{36} \frac{C_i - C_f}{a^3/4} \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_{sb}} \right) \right) \quad (4.3)$$

avec
$$\bar{n}_{sb} \approx \frac{Z}{\pi^2 a^2} \frac{\ell^2}{4}$$

Le calcul donne :
$$\bar{n}_{sb} \approx 10^{12}$$

La valeur du nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ est indiquée sur la figure 4-6.

2) Nous considérerons maintenant le cas où les lacunes sont éliminées sur la surface et sur des alignements de boucles identiques, parallèles à la surface et répartis uniformément, de densité L_{fn} , la densité N_1 de dislocations originelles étant nulle.

Le nombre de lacunes éliminées par unité de longueur d'alignement est fonction de la distance de l'alignement considéré à la surface du cristal : il est d'autant plus petit que l'alignement est plus près de la surface ; nous nous proposons d'évaluer ce nombre pour les alignements situés à égale distance des deux faces du cristal.

Si la distance entre alignements est supérieure à $2 y_0$, on peut considérer que les alignements sont indépendants et le nombre de lacunes éliminées par unité de longueur est donné par la relation précédente (4-3), le rayon des boucles étant inférieur à $15 \mu m$.

Si la distance entre alignements est inférieure à $2 y_0$, on peut considérer que la contribution de la surface est négligeable devant celle des alignements voisins et le nombre de lacunes éliminées par unité de longueur est donné par la relation (4-2) qui concerne une distribution uniforme d'alignements en absence de surface extérieure.

A la distance $2 y_0$ entre alignements correspond une densité des alignements nucléés comprise entre deux valeurs $\frac{4}{\pi \ell^2}$ et $\frac{36}{\pi \ell^2}$ respectivement égales à 200 et 1800 cm cm^{-3} puisque, d'une part y_0 est compris entre $\frac{\ell}{2}$ et x_0 et, d'autre part, ayant même valeur que ρ_{om} , x_0 est égal à $\frac{\ell}{6}$. Comme y_0 est plus proche de x_0 que de $\frac{\ell}{2}$, nous prendrons de l'ordre de 1500 cm cm^{-3} comme densité correspondant à des alignements distants de $2 y_0$.

3) Lorsque la densité des dislocations courbes n'est plus nulle, en première approximation, les résultats précédents s'appliquent en considérant la densité

totale $L_{fn} + N_i$ d'alignements nucléés et des dislocations courbes :

- Lorsque la densité totale ($L_{fn} + N_i$) est inférieure à 1500 cm cm^{-3} , la surface, les alignements de boucles et les dislocations courbes contribuent à l'élimination des lacunes et le nombre de lacunes absorbées par unité de longueur au bout d'un temps t sur les alignements situés à égale distance des deux faces des cristaux est donné par la relation (4-3) .

- Lorsque la densité totale ($L_{fn} + N_i$) est supérieure à 1500 cm cm^{-3} , on peut négliger la contribution de la surface et le nombre de lacunes est donné par la relation (4-2) .

4.2.6 - Relation entre le nombre de lacunes absorbées et le rayon des boucles.

Nous nous proposons de trouver la relation entre le rayon des boucles $r(t)$ et le nombre de lacunes $M_b(t)$ ou $M_{sb}(t)$ absorbées par unité de longueur d'alignement.

Le nombre de boucles par unité de longueur est égale à $\frac{1}{e}$, e étant la distance entre boucles.

Entre les temps t et $t+dt$, $\frac{1}{e}$ boucles absorbent un nombre dM de lacunes donné par la relation :

$$dM = \frac{1}{e} \frac{2\pi r dr}{a^2/\sqrt{2}}$$

$\frac{a^2}{\sqrt{2}}$ est la surface occupée par une lacune dans un plan {110}

$$\text{or} \quad e = \beta r \quad (\text{paragraphe 3.2.2})$$

$$dM = \frac{2\sqrt{2}\pi}{a^2 \beta} dr$$

En supposant que le coefficient de proportionnalité β ne change pas de valeurs au cours de la croissance des boucles, nous avons :

$$M(t) = \frac{2\sqrt{2}\pi}{a^2 \beta} r(t)$$

en négligeant le rayon initial r_i devant le rayon $r(t)$ (paragraphe 4.4.4.4). A l'instant t nous appellerons $r_{\max}(t)$ le rayon des boucles des alignements situés à égale distance des deux faces des cristaux; suivant la valeur de la densité totale ($L_{fn} + N_i$) des alignements de boucles et des dislocations originelles, ce rayon $r_{\max}(t)$ est donné par les relations suivantes :

- Dans le cas où la densité totale est inférieure à 1500 cm^{-3}

$$r_{\max}(t) = K_{sb} \Delta C \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_{sb}}\right)\right) \quad (4.4)$$

avec $K_{sb} = \frac{\beta}{18\sqrt{2} a} \quad l^2 \approx 6 \quad \beta \cdot 10^3 \text{ cm}$

Le rayon maximal final $r_{f\max}(\infty)$ obtenu au bout d'un temps long de maintien à la température θ_f est donné par la relation :

$$r_{f\max}(\infty) = K_{sb} \Delta C \quad (4.4\text{bis})$$

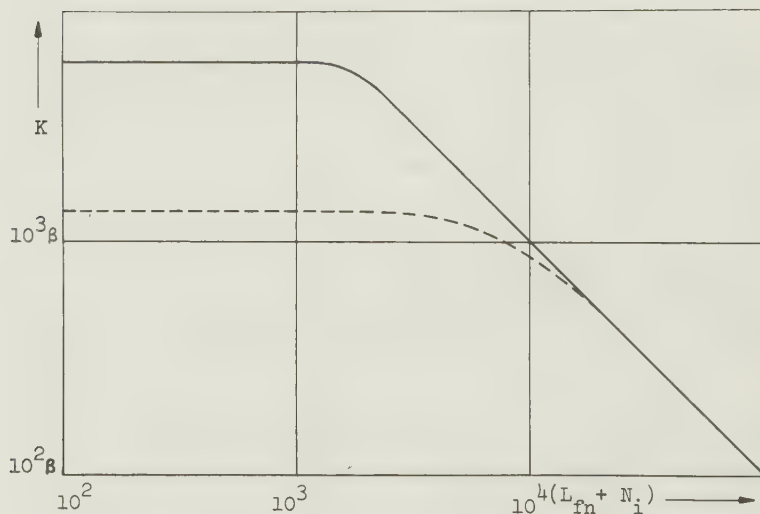


Fig. 4-9 - Variation du rapport K du rayon final maximal à la différence de concentrations de lacunes en fonction de la densité totale ($L_{fn} + N_i$) (courbe en trait plein).

Allure de la variation du coefficient correspondant pour un alignement non situé à égale distance des deux faces du cristal (courbe en tirets).

- Dans le cas où la densité totale est supérieure à 1500 cm^{-3}

$$r_{\max}(t) = K_b \Delta C \left(1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_b}\right)\right) \quad (4.5)$$

avec
$$K_b = \frac{\sqrt{2}\beta}{\pi a} \frac{1}{L_{fn} + N_i} \approx \frac{10^7 \beta}{L_{fn} + N_i} \quad (4.5\text{bis})$$

Le rayon maximal final $r_{f\max}^{(\infty)}$ obtenu au bout d'un temps long de maintien à la température θ_f est donné par la relation :

$$r_{f\max}^{(\infty)} = K_b \Delta C$$

Sur la figure 4-9, en trait plein, en fonction de la densité totale ($L_{fn} + N_i$), nous avons représenté la variation du coefficient de proportionnalité K entre le rayon final maximal $r_{f\max}^{(\infty)}$ et la différence de concentration ΔC . Sur le même graphique, en pointillé, nous avons indiqué la variation approximative du coefficient correspondant à un alignement plus proche d'une des faces du cristal.

4.3 - SCHEMA D'EVOLUTION.

Sur la figure 4-10, nous proposons un schéma d'évolution des alignements de boucles depuis leur nucléation jusqu'à leur transformation en dislocations courbes.

a) Une source, non observée en topographie aux rayons X, nucléée des boucles de type lacunaire ; ces boucles ayant un rayon faible, le champ de contrainte autour des boucles est trop peu important pour conduire à une image sur le topogramme. Par répulsion, les boucles se déplacent sur leur cylindre de glissement et constituent un alignement.

b) Dans un milieu sursaturé en lacunes, le rayon des boucles augmente ; nous distinguerons la croissance primaire (b_1) et la croissance secondaire (b_2) suivant que le rayon des boucles est inférieur ou supérieur au rayon r_a pour lequel elles deviennent visibles en topographie aux rayons X. Le rayon des boucles peut atteindre $100 \mu\text{m}$. Le long d'un alignement il peut être soit constant, soit variable. La distance entre boucles est proportionnelle à leur rayon et le coefficient de propor-

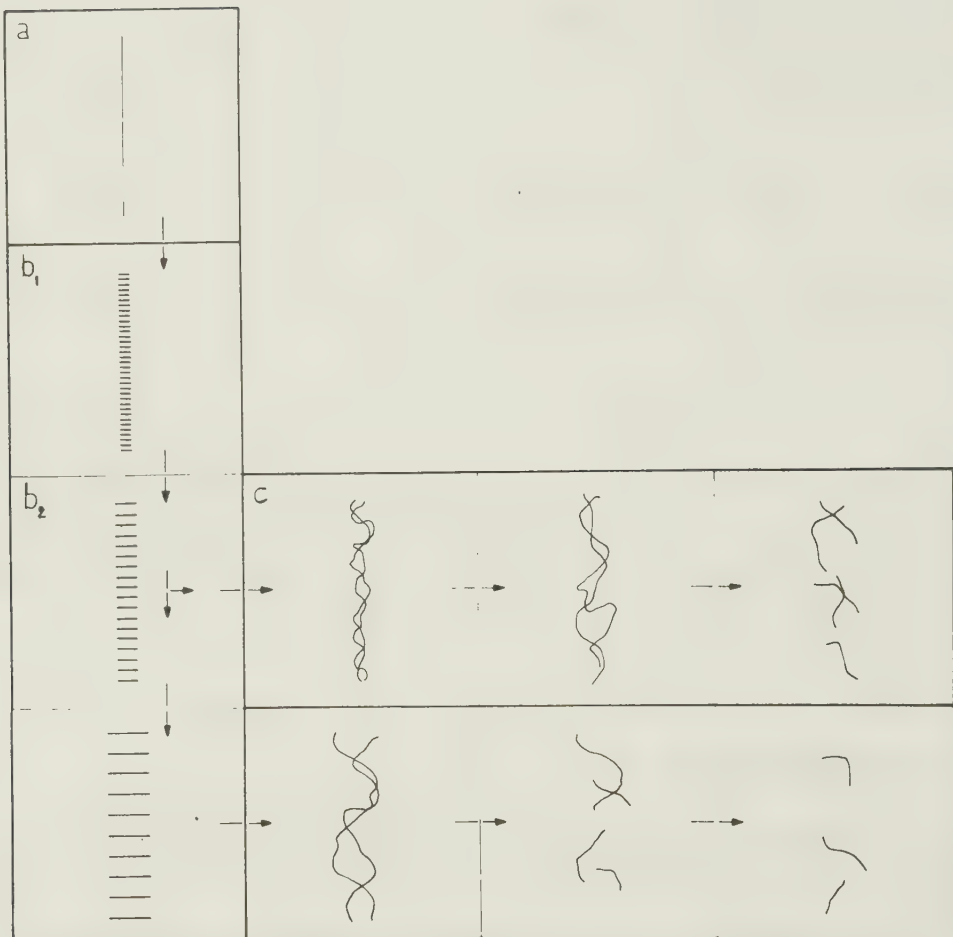


Fig. 4-10 - Evolution des alignements de boucles depuis leur nucléation jusqu'à leur transformation en une configuration de dislocations courbes. (a) nucléation ; (b₁) croissance primaire ; (b₂) croissance secondaire ; (c) transformation en écheveaux puis en dislocations courbes.

tionnalité prend une valeur différente suivant que l'alignement traverse ou ne traverse pas le cristal ; dans le premier cas des boucles sont éliminées à la surface du cristal au cours de la croissance des alignements.

c) Par déplacement sur leur cylindre de glissement et par montée les boucles interagissent pour donner des écheveaux ; ils sont plus ou moins enchevêtrés suivant la taille des boucles qui ont interagi. Cette évolution est d'autant plus rapide que la température est plus élevée. On obtient finalement une configuration de dislocations courbes dont la densité décroît au cours du temps.

Dans un cristal, les alignements sont toujours situés en même position. A une température donnée et au bout d'un temps donné, le stade d'évolution peut être différent d'un alignement à l'autre et nous avons constaté que les alignements ayant le plus évolué sont toujours les mêmes. Nous ferons l'hypothèse que le degré d'évolution d'un alignement est lié d'une part à sa position géométrique dans le cristal, en particulier à sa distance aux autres puits de lacunes : surface, dislocation originelle ou autre alignement, et d'autre part à la facilité avec laquelle les alignements sont nucléés au cours du refroidissement.

4.4 - NUCLEATION DES ALIGNEMENTS DE BOUCLES.

4.4.1 - Mécanismes de nucléation.

Nous nous proposons de décrire les différents mécanismes de nucléation d'alignements de boucles proposés par des auteurs.

Dans des cristaux ioniques, BARBER et al. (1957), JONES et al. (1958), BARTLETT et al. (1958), PARASNIS et al. (1959) ont observé des alignements de boucles coaxiales par décoration. Ces alignements sont produits, au cours de refroidissements autour de précipités d'or ou de petites sphères de verre introduites dans la matrice. Ils sont souvent dirigés suivant plusieurs directions $\langle 110 \rangle$ autour de la particule. Leur origine est attribuée au champ de contrainte qui apparaît au cours des refroidissements par suite de la différence des coefficients de dilatation thermique entre la matrice et le précipité ou la sphère de verre. JONES et MITCHELL (1958) ont proposé un mécanisme de formation des boucles et ils ont trouvé qu'elles étaient de type interstitiel (fig. 4-11 a). Des boucles de même origine ont été observées par microscopie électronique dans des alliages d'aluminium trempé LALLY et al., (1962), EMBURY et al., (1962), BARNES et al. (1963), LAWLEY et al. (1963)

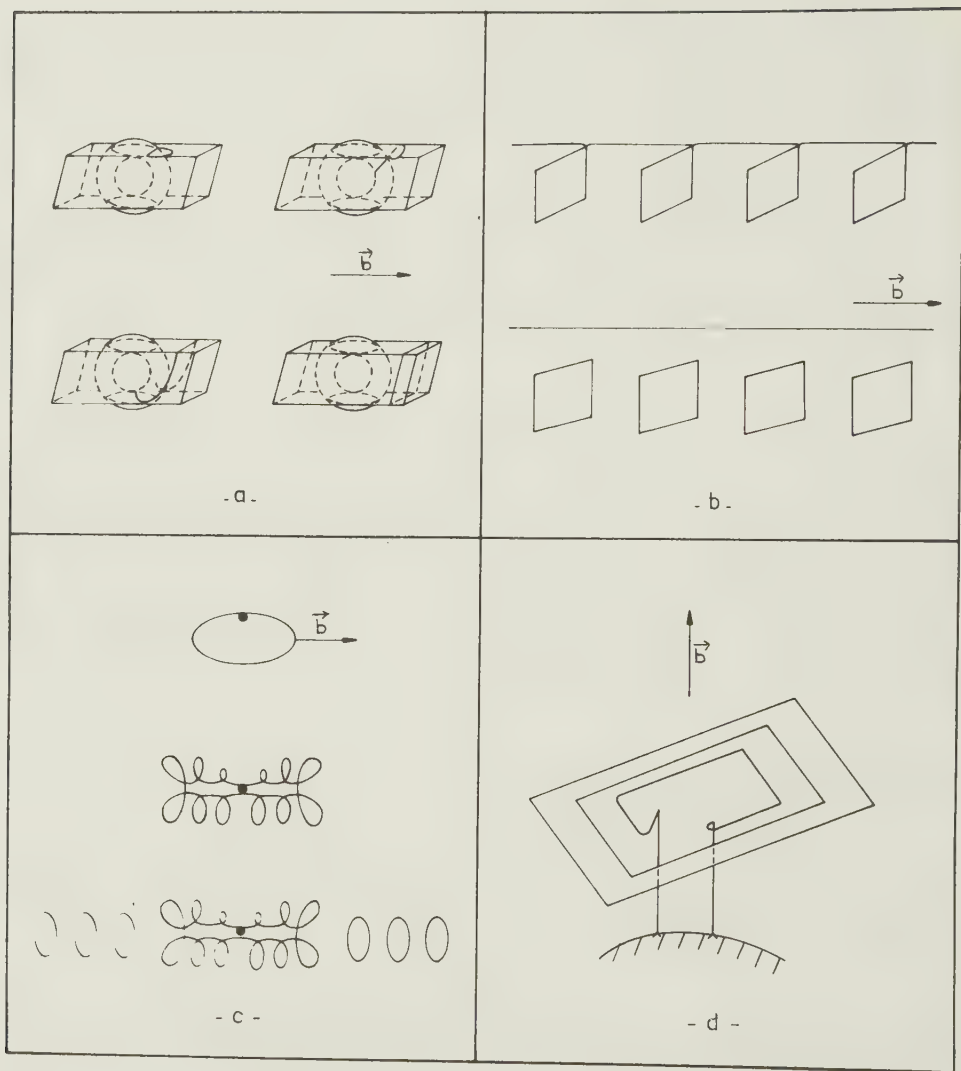


Fig. 4-11 - Mécanismes de nucléation des alignements de boucles coaxiales de vecteur de Burgers $\vec{b}$, (a) à partir d'un centre de contraintes (d'après Ashby et al. 1969), (b) à partir d'une hélice, (c) à partir d'une boucle de cisaillement, (d) à partir d'une dislocation d'interface entre un précipité incohérent et la matrice suivant le mécanisme de Bardeen et Herring.

et par topographie aux rayons X dans des monocristaux de cuivre de haute pureté (BERTOCCI et al., 1969). Pour ces dernières études, la nature des particules n'a pas pu être établie : il semble qu'il s'agisse soit de composés intermétalliques, soit de particules d'oxyde. Les boucles formées sont alors de type interstitiel car le coefficient de dilatation thermique de ces particules est inférieur à celui de la matrice.

Des cavités contenant de l'hydrogène sous haute pression peuvent aussi être à l'origine des alignements de boucles. CLAREBROUGH et al. (1967) ont observé des alignements de boucles par topographie aux rayons X dans des monocristaux de cuivre chauffés sous atmosphère d'hydrogène et refroidis lentement. LALLY et al. (1966) ont obtenu également des alignements dans des échantillons de magnésium trempé observés par microscopie électronique. Ces auteurs attribuent ces émissions de boucles au champ de contrainte qui règne autour des cavités remplies d'hydrogène sous haute pression (fig. 4-11 a). LALLY et al. (1966) pensent qu'un tel mécanisme devrait exister dans l'aluminium car l'hydrogène semble faciliter la nucléation des cavités dans ce métal (KIRITANI, 1963). Cependant VOLIN et al. (1968) par des expériences de diffusion dans l'aluminium ont montré que la pression d'hydrogène était négligeable dans les cavités. Comme précédemment ces boucles sont de type interstitiel.

Des dislocations vis qui existent dans les cristaux à haute température peuvent monter en hélice par absorption de lacunes au cours de refroidissement et par interaction avec elles-mêmes ou avec des lignes de dislocations voisines se transformer en alignements de boucles prismatiques suivant un mécanisme décrit par BONTINCK (1957) (fig. 4-11 b). NICHOLSON (1962) a mis en évidence le rôle joué par les dislocations vis dans la formation des alignements de boucles en montrant, par microscopie électronique, qu'un alliage d'aluminium écroui à 2% au cours de la trempe possède des alignements de boucles alors que sans écrouissage il en est dépourvu. Par microscopie électronique, GROSSKREUTZ et al. (1967) ont observé la décomposition spontanée de dislocations hélicoïdales en un alignement de boucles et une dislocation vis dans un alliage commercial d'aluminium. Les boucles sont de type lacunaire après refroidissement.

La montée en hélice des parties "vis" d'une boucle, située dans son plan de glissement et ancrée à un précipité, puis l'interaction des dislocations hélicoïdales peut aussi donner des alignements de boucles (fig. 4-11 c) (AMELINCKX et al. 1957). De telles sources ont été observées par microscopie électronique dans un al-

liage d'aluminium à 4% de cuivre par WESTMACOTT et al. (1959) et dans un alliage d'aluminium à 3,5 % de magnésium par SMALLMAN et al. (1965). Les boucles obtenues après refroidissement sont du type lacunaire.

Des dislocations d'interface entre la matrice et des particules ou des précipités incohérents peuvent aussi être à l'origine des alignements de boucles : au cours d'un refroidissement, sous l'effet de la sursaturation de lacunes, la (ou les) partie(s) "coin" de la dislocation d'interface monte(nt) par le mécanisme de BARDEEN et HERRING (1962) et nuclée(nt) un alignement de boucles prismatiques (fig. 4-11 d). Par microscopie électronique, dans un alliage d'aluminium, EMBURY et al. (1963) ont observé des alignements de boucles qu'ils ont attribués à ce mécanisme et à l'origine de chaque alignement ils ont décelé un précipité dont ils n'ont pas pu déterminer la nature. Après refroidissement les boucles sont de type lacunaire.

4.4.2 - Confrontation des mécanismes proposés avec l'expérience.

Les mécanismes de nucléation de boucles établis à partir d'un centre de contrainte (fig. 4-11 a) ne peuvent pas être retenus ; en effet, comme AUTHIER et al. (1965) et NØST et al. (1967) l'ont indiqué, les boucles sont de type lacunaire après refroidissement. Nous avons confirmé ce fait en montrant expérimentalement que le rayon des boucles obtenues après refroidissement augmente dans un milieu sursaturé en lacunes et décroît dans un milieu sous-saturé en lacunes.

AUTHIER (1965) a retenu le mécanisme de la montée d'une dislocation vis (fig. 4-11 b) pour interpréter l'origine des alignements de boucles observés par topographie aux rayons X dans des monocristaux d'aluminium recuit. NØST a rejeté ce mécanisme après avoir constaté que les alignements ne traversaient pas nécessairement le cristal ; nos résultats expérimentaux confirment l'observation de NØST.

Comme source des alignements de boucles observés dans de l'aluminium par topographie de section, NØST a choisi le mécanisme à partir de la boucle située dans son plan de glissement (fig. 4-11 c) ; or nous avons montré que les alignements apparaissent toujours en même position. Comme il semble peu vraisemblable qu'une telle boucle puisse rester ancrée au cours des traitements thermiques, les dislocations devenant très mobiles à température élevée, nous ne pouvons pas conserver ce mécanisme.

Nous retiendrons comme source des alignements le mécanisme de la montée de dislocations ancrées à des précipités ou à des particules incohérentes avec la matrice car ce mécanisme est en accord avec nos résultats expérimentaux : boucles de type lacunaire après refroidissement, alignements pouvant se terminer à l'intérieur du cristal et alignements toujours situés en même position quel que soit le traitement thermique subi par le cristal.

4.4.3 - Expériences complémentaires.

Comme NØST, par chauffage rapide de cristaux d'aluminium nous avons obtenu des alignements de boucles de type interstitiel qui ne traversent pas nécessairement le cristal.

Nous avons observé de plus que les alignements de boucles sont en positions identiques aux alignements obtenus après refroidissement ; ainsi, sur le topogramme 4-1 réalisé sur le cristal A après chauffage rapide depuis la température initiale de 290° jusqu'à la température finale de 320° C, on constate que les alignements occupent des positions caractéristiques déjà obtenues après refroidissement (topogramme 3-3, 3-4, 3-5, 3-6, 3-7 et 3-8).

Ces expériences sont en accord avec le mécanisme de nucléation à partir de dislocations d'interface.

4.4.4 - Caractéristiques des sources de Bardeen et Herring.

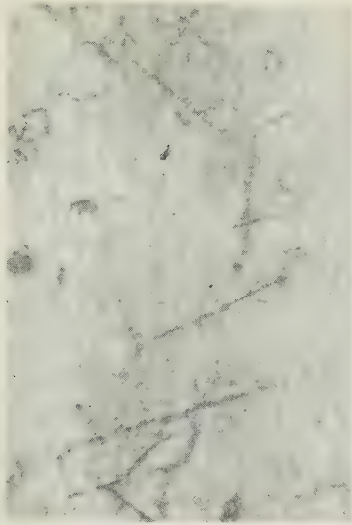
1) La sursaturation S_c (ou sous saturation) pour activer une source de Bardeen et Herring de longueur L_c est donnée par la relation (HIRTH et LOTHE, 1968):

$$\ln S_c = \frac{\mu a^4}{8\sqrt{2} \pi (1-\nu)} \cdot \frac{1}{kT} \cdot \frac{\ln\left(\frac{3L_c}{a}\right)}{L_c} \quad (4-6)$$

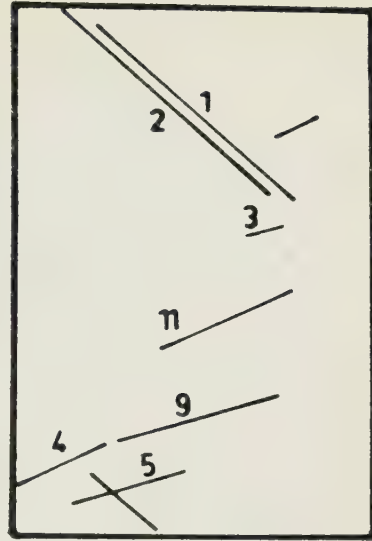
ν est le coefficient de Poisson.

Suivant la longueur L_c des dislocations-sources et les valeurs de la sursaturation aux points où se trouvent les sources, des alignements sont nucléés avant d'autres.

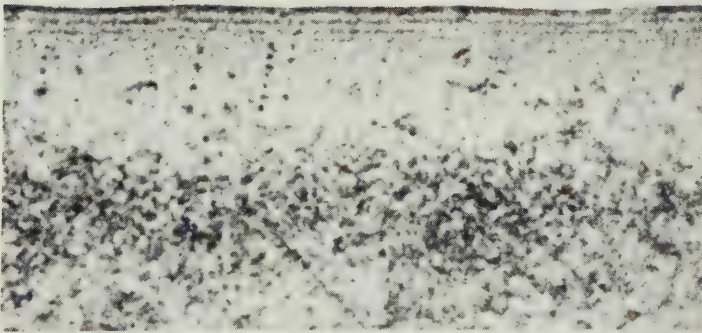
2) Les longueurs des sources de Bardeen et Herring ne peuvent pas être déterminées avec exactitude.



$[011]$
 $[101]$
 $[\bar{1}10]$



opogramme 4-1 : topogramme $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisé sur le monocristal d'aluminium A après un chauffage à la vitesse de $1000^{\circ}\text{C}/\text{h}$ depuis 287°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 320°C (x 27).



opogramme 4-2 : topogramme (111) réalisé après un refroidissement à la vitesse de $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ depuis 300°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 210°C sur un monocristal d'aluminium présentant un biseau (x 35).

Aucun précipité n'étant visible sur les topogrammes aux rayons X, la longueur des sources est inférieure à une dizaine de microns. Dans la zone 1 il existe donc une température θ_n , fonction de la température initiale θ_i , à laquelle les premiers alignements sont nucléés mais invisibles en topographie. Soit L_{cmax} la longueur des dislocations sources qui nucléent des alignements pour la sursaturation la plus faible $S_{c min}$ (relation (4-6))

$$\ln S_{c min} = \frac{\mu a^4}{8\sqrt{2} \pi (1-\nu)} \frac{1}{kT} \frac{\ln \left(\frac{3 L_{cmax}}{a} \right)}{L_{cmax}}$$

En explicitant la sursaturation $S_{c min}$ en fonction des températures initiale θ_i et de nucléation θ_n , on obtient :

$$\theta_i - \theta_n = A(L_{cmax}) (\theta_i + 273)$$

$$\text{avec } A(L_{cmax}) = \frac{\mu a^4}{8\sqrt{2} \pi (1-\nu) E_f} \frac{\ln \left(\frac{3 L_{cmax}}{a} \right)}{L_{cmax}}$$

On remarque que $A(L_{cmax})$ est un coefficient caractéristique de la longueur des dislocations sources.

Comme $\theta_i - \theta_n < \theta_i - \theta_a$ par refroidissement, θ_a étant la température d'apparition des alignements, on a :

$$A(L_{cmax}) \leq \frac{\theta_i - \theta_a}{\theta_i + 273}$$

Au tableau 3-1 nous avons indiqué la valeur de θ_a déterminée expérimentalement pour chaque température θ_i . La valeur la plus petite du rapport $\frac{\theta_i - \theta_a}{\theta_i + 273}$ est une limite supérieure pour A à laquelle correspond une limite inférieure pour L_{cmax} telle que :

$$L_{cmax} > 0,3 \mu m$$

Nous admettons que la longueur maximale des sources de Bardeen et Herring est de l'ordre de $0,3 \mu m$ et nous supposons que dans les cristaux que nous avons étudiés il existe des sources de longueur inférieure, lesquelles ne donnent des alignements de boucles que pour des sursaturations plus fortes.

3) Le nombre de sources activées n par unité de volume dépend d'une part de la valeur de la sursaturation S atteinte et d'autre part du nombre de sources dont la longueur est supérieure à la valeur déduite de S par la relation (4-6).

Lorsque la sursaturation n'est pas très élevée, nous avons remarqué que le nombre d'alignements visibles est de l'ordre de 20 dans un cristal de 10 mm^3 de volume. A un coefficient 10 près, le nombre de sources par unité de volume ayant nucléé des alignements est alors égale à 2 mm^{-3} .

4) A une température θ , le nombre moyen de sauts $\bar{n}_n$ que doivent effectuer les lacunes pour qu'une source nucléée des boucles dépend du nombre p de boucles, de leur rayon r_i et de la concentration C_i de lacunes.

Nous nous proposons d'évaluer le nombre $\bar{n}_n$ par un calcul approché :

$$\frac{p \pi r_i^2}{a^2 / \sqrt{2}} = \frac{4}{3} \pi \rho^3 \frac{C_i - C_\theta}{a^{3/4}}$$

$$\rho^2 \approx Dt = \bar{n}_n \frac{a^2}{Z}$$

$$\text{d'où : } \bar{n}_n \approx \frac{0,4 Z}{a^{4/3}} \left(\frac{p r_i}{C_i - C_\theta} \right)^{2/3}$$

Pour un alignement de longueur ℓ , le nombre p de boucles est égal à $\frac{\ell}{\beta r_i}$. On a alors :

$$\bar{n}_n \approx \frac{0,4 Z}{a^{4/3}} \left[\frac{\ell r_i}{\beta (C_i - C_\theta)} \right]^{2/3}$$

En prenant $0,5 \cdot 10^{-6}$ pour $(C_i - C_\theta)$, $0,1 \text{ } \mu\text{m}$ pour r_i et 1 mm pour ℓ , valeurs compatibles avec notre étude, on obtient :

$$\bar{n}_n \approx 2 \cdot 10^{10}$$

Lorsque la température de nucléation est élevée, au cours d'un refroidissement à la vitesse de 400°C/h , ce nombre de sauts est très rapidement effectué (fig. 4-4) et des alignements longs pourront être nucléés à condition que la sursaturation critique S_c soit maintenue au niveau de la source de Bardeen et Herring.

Il semble donc que seules les premières sources activées pourront nucléer des alignements longs allant d'une face à l'autre du cristal. Ce résultat est en accord avec le fait expérimental que les premiers alignements qui apparaissent sont longs et se présentent sous la forme de "segments" lorsque le rayon des boucles est de l'ordre de r_a .

5) La nature des particules ou des précipités incohérents n'a pas pu être déterminée au cours de cette étude. Il semble que des particules d'oxyde d'aluminium introduites au cours de la fusion de zone ou du laminage pourraient être à l'origine des alignements de boucles que nous avons observés ; leur taille pourrait être alors fonction des conditions expérimentales de préparation du métal.

4.5 - CROISSANCE DES BOUCLES ALIGNEES.

Pour des températures finales situées dans la zone 1, les boucles nucléées sont dans leur phase de croissance primaire : les rayons des boucles étant inférieurs à r_a , elles ne sont pas visibles en topographie aux rayons X.

4.5.1 - Apparition des alignements à la température θ_a .

1) Condition d'apparition.

A la température θ_a nous supposons que les alignements qui apparaissent sont situés dans les parties médianes du cristal et que, dans ces conditions, le modèle développé au paragraphe 4.2.6 s'applique : le rayon des boucles r est proportionnel à l'excès de concentration de lacunes ΔC (relations 4-4bis et 4-5bis)

$$\frac{\Delta C}{r} = K^{-1}$$

La valeur de K est une fonction de la densité totale ($L_{fn} + N_i$) des alignements nucléés et des dislocations originelles. La variation de K en fonction de la densité totale est indiquée à la figure 4-9. Comme d'une part la densité d'alignements L_{fa} apparus à la température θ_a est égale à $150 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$ et d'autre part la densité N_i est au plus égale à 200 cm cm^{-3} , la densité totale ($L_{fn} + N_i$) est petite et inférieure à 1500 cm cm^{-3} . K est alors indépendant de la densité totale et on a

$$K = (K_{sb})_{th} = 6.10^3 \text{ cm}$$

et $(\frac{\Delta C}{r})_{th}$ est constant et égal à $1,66.10^{-4} \text{ cm}^{-1}$ quand les alignements atteignent

les faces du cristal ($\beta=1$). Il est intéressant de comparer la valeur de $(\frac{\Delta C}{r})_{th}$ ainsi calculée aux valeurs expérimentales $(\frac{\Delta C}{r})_{exp}$ qui doivent être constantes quelle que soit la température initiale θ_i .

Le rayon des boucles à la température θ_a étant constant et égal à r_a , on en déduit que la différence ΔC doit être constante.

Comme au cours des refroidissements à la vitesse de 400° C/h le nombre de sauts effectués par les lacunes entre les températures θ_i et θ_a est négligeable devant le nombre moyen de sauts $\overline{N}_s$ (Tableau 4-3 et fig. 4-4), ΔC représente la différence de concentrations de lacunes entre les températures θ_i et θ_a et $(C_i - C_a)$ doit être constant quelle que soit la valeur de θ_i .

L'analyse des résultats expérimentaux du Tableau 3-1 donne effectivement une valeur constante pour la différence des concentrations $(C_i - C_a)$:

$$C_i - C_a = (1,0 \pm 0,1) 10^{-6}$$

quelle que soit la température initiale θ_i . On constate donc que la limite de séparation des zones 1 et 2 coïncide avec la courbe à excès de concentration constant et égal à 10^{-6} (fig. 3-2 b et 4-1).

En revanche la valeur expérimentale du rapport $(\frac{\Delta C}{r})_{exp}$ diffère de la valeur théorique : on constate que la première est quatre fois plus élevée que la seconde et la valeur du coefficient $(K_{sb})_{th}$ calculée à partir du modèle du paragraphe 4.2.5 est alors quatre fois trop forte.

Il semble que ce désaccord puisse s'expliquer par le caractère simplifié du modèle : on a supposé les alignements parallèles à la surface du cristal et situés à égale distance des deux faces. En fait, les alignements sont inclinés et au cours de leur croissance, les boucles glissent dans la direction de l'alignement et se rapprochent des faces du cristal ; la contribution de la surface comme puits de lacunes est alors plus importante que prévu. La valeur réelle du coefficient K_{sb} est donc inférieure à la valeur calculée. La contribution de la surface sur des alignements inclinés est bien mise en évidence dans différents résultats expérimentaux : la longueur d'un alignement à la température d'apparition est égale au tiers de la longueur maximale (paragraphe 3.4), chaque tiers près des faces des cristaux n'ayant donné lieu qu'à une croissance primaire. On observe encore aux autres tem-

pératures finales θ_f inférieures à la température d'apparition θ_a une diminution du rayon des boucles au voisinage de la surface, diminution qui peut être attribuée à la forte contribution de la surface comme puits de lacunes (paragraphes 3.5 et 3.6).

Dans la suite du calcul nous adopterons la valeur déduite des résultats expérimentaux :

$$(K_{sb})_{\text{exp}} = \frac{r_a}{\Delta C_a} = 1,5 \cdot 10^3 \text{ cm lorsque les alignements sont longs } (\beta=1) \quad (4.7)$$

La courbe correspondante de la variation de K en fonction de la densité totale ($L_{fn} + N_i$) d'alignements nucléés et de dislocations originelles est représentée à la figure 4-12 a.

2) Expériences complémentaires.

Echauffement des cristaux : Nous avons de même déterminé la température d'apparition θ'_a à laquelle des alignements apparaissent après un échauffement des cristaux d'aluminium. A cette température, ils se présentent sous forme de "segments" de dislocation de rayon r_a égal à 15 μm et de densité L_{fa} égale à $150 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$. Sur le tableau 4-5, pour chaque valeur de θ_i , nous avons indiqué la température θ'_a déterminée expérimentalement et nous avons calculé la différence de concentration atomique entre les températures initiale et d'apparition.

Cristal	A	B	A
$\theta_i \text{ } ^\circ\text{C}$	331	316	290
$\theta'_a \text{ } ^\circ\text{C}$	338	324	305
$(C_i - C'_a) \cdot 10^6$	- 1,1	- 0,9	- 1

T A B L E A U 4-5

On constate que la différence de concentrations atomiques entre les températures θ_i et θ'_a a la même valeur après échauffement qu'après refroidissement. Ce résultat est en accord avec le modèle proposé de croissance des boucles dans un milieu sur-(ou sous)-saturé en lacunes.

Refroidissement de cristaux ayant une densité de dislocations originelles élevée : Nous avons refroidi à la vitesse de 400° C/h des monocristaux d'aluminium ayant une densité de dislocations originelles N_i de l'ordre de 1000 cm cm⁻³. Nous avons constaté que, pour une température initiale donnée, la température θ_a'' à laquelle des alignements apparaissent est inférieure à la température θ_a . Sur le tableau 4-6 nous rapportons deux expériences réalisées sur le même cristal, refroidi depuis la même température initiale, 290° C. On constate un écart de 54° C entre les températures θ_a et θ_a'' .

Cristal	N_i cm cm ⁻³	θ_i °C	θ_a ou θ_a''	$\Delta C \cdot 10^6$
A	100	290	270	0,9
A	1000	290	224	1,9

T A B L E A U 4-6

La sursaturation S à 270° C est relativement élevée ; on peut alors estimer, dans le cas du cristal ayant une forte densité de dislocations originelles N_i , que la densité des alignements nucléés est suffisamment élevée pour que la densité totale ($L_{fn} + N_i$) soit supérieure à 1500 cm cm⁻³. Dans ces conditions, le coefficient de proportionnalité K entre le rayon des boucles et la différence ΔC est inférieur à la valeur de K_{sb} . Les boucles deviendront visibles sur le topogramme à une température plus basse pour laquelle l'excès de concentration ΔC est plus élevé. La sursaturation augmentant également au cours de l'abaissement de la température, la densité des alignements nucléés croît et la valeur du coefficient K diminue, ce qui explique l'importance de la diminution de la température d'apparition. (fig. 4-12a).

4.5.2 - Zone 2.

1 - Densité des alignements :

Au cours des refroidissements pour lesquels la température finale θ_f est dans la zone 2 le calcul montre que peu de lacunes sont éliminées à la surface, le nombre de sauts effectués m étant négligeable devant le nombre moyen de sauts $\bar{n}_s$.

(fig. 4-4 et tableau 4-3). D'autre part l'expérience montre que peu de lacunes sont éliminées sur les alignements de boucles car ils ne présentent pas de croissance secondaire. Quand la température finale θ_f diminue, comme les lacunes demeurent dans le cristal, la sursaturation S augmente et le nombre des alignements nucléés croît. Ce résultat est en accord avec l'observation expérimentale d'un accroissement de la densité finale des alignements visibles, par apparition de nouveaux alignements, quand la température finale θ_f diminue pour une température initiale θ_i donnée (fig. 3-5).

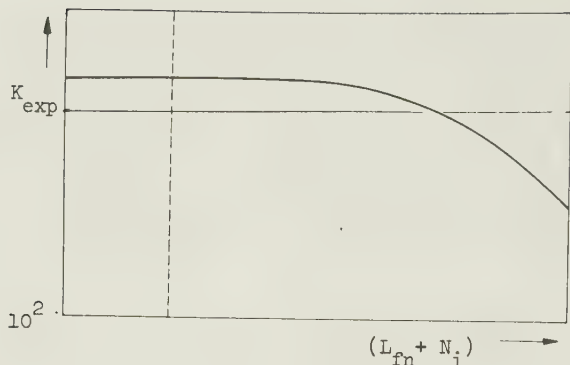
2 - Rayon final maximal obtenu au bout d'un temps long de maintien à la température θ_f

Le rayon final maximal $r_{fmax}^{(\infty)}$ obtenu au bout d'un temps long de maintien à la température finale θ_f est égal au produit de deux termes : le coefficient K qui est fonction de la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ et la différence de concentration ΔC égale à $(C_i - C_f)$ qui dépend de la différence de températures entre θ_i et θ_f pour une température initiale donnée.

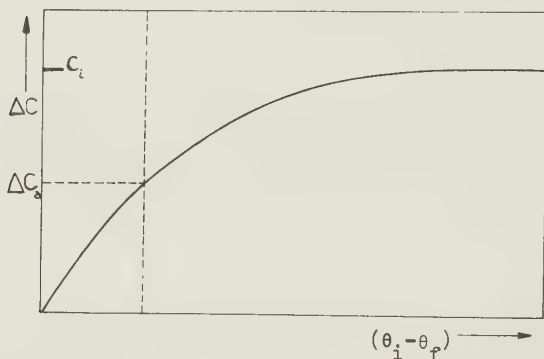
Les variations du coefficient K en fonction de la densité totale et de ΔC en fonction de $(\theta_i - \theta_f)$ sont représentées à la figure 4-12 a et b. La courbe résultante du rayon final maximal en fonction de $(\theta_i - \theta_f)$ ne peut pas être obtenue avec précision car on ne connaît pas la relation entre la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ et la différence $(\theta_i - \theta_f)$. On sait cependant que lorsque la température finale est égale à θ_a la densité totale est inférieure à 1500 cm^{-3} et K est égal à $(K_{sb})_{exp}$ (paragraphe 4.5.1.1). Quand θ_f diminue à partir de cette valeur θ_a , nous avons montré au paragraphe précédent que la densité des alignements nucléés augmente : la valeur de K restera donc égale à $(K_{sb})_{exp}$ jusqu'à une certaine valeur de la température finale puis, devenant égal à K_b , la valeur de K diminuera avec la température finale θ_f . La courbe qui représente les variations de $r_{fmax}^{(\infty)}$ en fonction de $(\theta_i - \theta_f)$ passera donc par une valeur maximale (fig. 4-12 c) et on retrouve bien l'allure des courbes expérimentales de la figure 3-6. On remarque que la valeur maximale du rayon $r_{fmax}^{(\infty)}$ est au plus égal au produit de la valeur maximale de K , soit $(K_{sb})_{exp}$, par la valeur maximale de ΔC , soit C_i (4-4) et (4-7)

$$r_{fmax}^{(\infty)} \leq (K_{sb})_{exp} C_i = \frac{r_a}{\Delta C_a} C_i \quad (4-8)$$

- a -



- b -



- c -

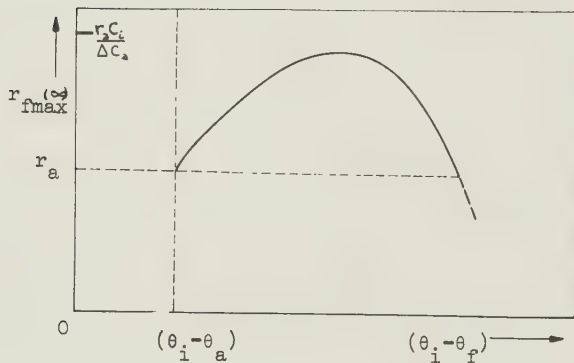


Fig. 4-12 - Variations du coefficient K_{exp} en fonction de la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ (a), de la différence de concentrations de lacunes ΔC en fonction de la différence de températures (b), du rayon final maximal en fonction de la différence de températures $(\theta_i - \theta_f)$ (c).

3 - Distance entre boucles des alignements.

Nous avons montré que la distance entre boucles est proportionnelle au rayon des boucles et que le coefficient de proportionnalité β est différent suivant que l'alignement traverse ou ne traverse pas le cristal :

$$e = \beta r$$

β est égal à 1 et 2,5 pour, respectivement, les alignements qui atteignent la surface et ceux qui se terminent à l'intérieur des cristaux.

L'expansion des boucles des alignements est limitée dans le premier cas par la surface et dans le second cas par des obstacles situés à l'intérieur du réseau. La surface est un obstacle plus important car le coefficient β est plus petit, c'est aussi un obstacle identique pour tous les alignements qui l'atteignent, les points correspondants sur la courbe qui représente la variation de la distance e en fonction du rayon r (fig. 3-3) présentant une dispersion plus faible.

La contrainte de cisaillement sur le cylindre de glissement à une distance z d'une boucle de rayon r est donnée par la relation (BULLOUGH et al., 1960) :

$$\sigma_{rz} = \frac{\mu b}{2(1-\nu)} \frac{1}{r} \frac{z}{r} \int_0^{\infty} x^2 J_1^2(x) \exp - \left(\left| \frac{z}{r} \right| x \right) dx$$

La variation de la contrainte σ_{rz} en fonction du rapport $\frac{z}{r}$ a été représentée par BULLOUGH.

Entre deux boucles de rayon r d'un même alignement distantes d'une longueur z la composante de la force d'interaction qui tend à les faire glisser est égale à $2\pi r b \sigma_{rz}$; cette force ne dépend que du rapport $\frac{z}{r}$. On en déduit que la force qui agit sur une boucle d'un alignement due aux autres boucles ne dépend que du rapport β . En écrivant l'équilibre de chaque boucle d'un alignement, nous avons déterminé graphiquement d'une part la force F agissant sur la boucle de tête de l'alignement et d'autre part les rapports β_{ij} entre le rayon r des boucles et les distances e_{ij} entre les $i^{\text{ème}}$ et $j^{\text{ème}}$ boucles. Dans le cas où la surface limite l'expansion des boucles, nous avons négligé l'effet de la force image par suite de la faible inclinaison des alignements considérés. Les résultats sont indiqués au Tableau 4-7.

β	F	β_{12}	β_{23}	β_{34}
2,5	0,3 μb^2	2,4	2,5	2,5
1	3,4 μb^2	0,66	0,96	1

T A B L E A U 4-7

On constate que les rapports $\beta_{i,j}$ tendent dès les premières boucles vers β , ce qui est en accord avec nos résultats expérimentaux car nous n'avons pas décelé de différence entre la distance qui sépare les boucles d'un alignement. On remarque que la force F qui agit sur la boucle de tête est environ 10 fois plus élevée lorsque la surface limite l'expansion de l'alignement. Comme la force F ne dépend que du rapport β , la boucle de tête d'alignement est bloquée par un obstacle indépendant du rayon des boucles : pour des alignements qui se terminent dans le cristal, cet obstacle pourrait être un précipité, une particule d'oxyde ou une petite boucle et la nature différente de ces obstacles pourrait expliquer la dispersion des résultats dans le cas des alignements courts (fig. 3-3); pour des alignements qui atteignent la surface, les boucles ayant la forme de losange, la boucle de tête pourrait être bloquée par celui de ses sommets en contact avec la surface, en négligeant l'influence des boucles incomplètes ayant déjà émergé, situées entre la boucle de tête et la surface.

4 - Figures thermiques.

Lorsque le rayon des boucles augmente, les boucles qui émergent à la surface du cristal pourraient être à l'origine des figures thermiques observées après refroidissement ou échauffement des cristaux. BERTOCCI et al. (1969) ont en effet établi une corrélation entre des figures de surface et des alignements de boucles prismatiques de type interstitiel vues par topographie aux rayons X dans des monocristaux de cuivre.

La condition d'apparition des figures thermiques n'a pas été établie avec certitude : DOHERTY et al. (1959 et 1963) et FOSS et al. (1966) ont constaté que des figures thermiques apparaissent au cours de variations de température pour des

valeurs constantes de la différence de concentration de lacunes, mais les mêmes équipes ont par ailleurs observé que la condition d'apparition dépend de la nature et de l'épaisseur de la couche d'oxyde (JASPERSE et al., 1964 - HERBJØRNSSEN et al., 1969).

Nos résultats expérimentaux nous laissent penser que des cristaux ayant une couche d'oxyde identique devraient présenter des figures thermiques pour des différences de concentration ΔC constantes.

5 - Refroidissement de cristaux ayant une épaisseur plus faible.

Au cours de refroidissement la contribution de la surface comme puits de lacunes est augmentée lorsque l'épaisseur des cristaux est plus faible, en effet, le nombre de sauts m effectués par les lacunes au cours du refroidissement peut devenir comparable au nombre moyen $\bar{n}_s$. Dans ce cas les alignements nucléés ne présentent pas de croissance secondaire au cours du maintien à la température finale. Ainsi, sur le topogramme 4-2, on constate que les alignements de boucles ne sont pas visibles dans la partie biseautée d'un cristal refroidi de 300 à 210° C, le nombre de sauts effectués au cours du refroidissement étant du même ordre que le nombre moyen de sauts $\bar{n}_s$ correspondant à une épaisseur de cristal égale à 200 μm (fig. 4-4 ; tableau 4-3).

4.5.3 - Passage de la zone 2 à la zone 3.

Quand on refroidit un cristal depuis une température initiale θ_i jusqu'à une température finale θ_f située dans la zone 3, expérimentalement nous avons montré que les boucles des premiers alignements nucléés apparaissent au cours du refroidissement. Nous appellerons θ_a^* la température à laquelle les boucles ont un rayon r^* égal à r_a . La température θ_a^* est une fonction de la température initiale θ_i et la courbe correspondante constitue la limite entre les zones 2 et 3 (fig. 3-2).

Tant que la densité totale ($L_{fn} + N_i$) des alignements nucléés et des dislocations courbes est inférieure à 1500 cm^{-1} nous considérerons, comme précédemment, que la cinétique de croissance des premiers alignements nucléés situés dans la partie médiane du cristal n'est pas perturbée par la nucléation de nouveaux alignements. Le rayon des boucles au cours du refroidissement devrait alors être obtenu en résolvant un système d'équations identique au modèle développé en annexe avec en plus des conditions aux limites sur les cylindres intérieur et extérieur, fonction de la

température θ comprise entre θ_i et θ_f . Ce problème ne présente pas de solution analytique.

Cependant des considérations sur le nombre de sauts effectués au cours du refroidissement vont nous permettre de déterminer avec certitude si le rayon des boucles r^* est inférieur à r_a à une température θ comprise entre les températures θ_i et θ_f , c'est-à-dire si cette température θ est située dans la zone 2. Nous remarquons que le rayon r^* est une fonction croissante $r^*(m)$ du nombre m de sauts effectués au cours d'un refroidissement depuis une température initiale θ_i donnée.

A la même température θ , après une trempe avec une vitesse infinie depuis la même température θ_i , le rayon des boucles des alignements situés dans la partie médiane du cristal varie en fonction du temps suivant les relations (4-4) et (4-7); lorsque la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ est inférieure à 1500 cm^{-3} à la température θ

$$r = r_a \frac{C_i - C_\theta}{\Delta C_a} \left[1 - \exp - \left(\frac{t}{\tau_{sb}} \right) \right]$$

En fonction du nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ et du nombre de sauts v effectués à la température θ durant un temps t , cette relation s'écrit :

$$r(v) = r_a \frac{C_i - C_\theta}{\Delta C_a} \left[1 - \exp - \left(\frac{v}{\bar{n}_{sb}} \right) \right]$$

et $\bar{n}_{sb} = 10^{12}$; $r_a = 15 \text{ } \mu\text{m}$; $\Delta C_a = 10^{-6}$

au cours du maintien à la température θ , le rayon $r(m)$ obtenu au bout d'un nombre m de sauts est supérieur au rayon $r^*(m)$ atteint à la même température θ au cours du refroidissement après un nombre égal de sauts ; en effet, le flux de lacunes dans le premier cas est plus élevé, le gradient de concentration de lacunes étant plus important après une trempe.

On en déduit que le nombre de sauts v à effectuer à la température θ pour que le rayon $r(v)$ soit égal au rayon $r^*(m)$ est nécessairement inférieur au nombre de sauts m ; ceci est en particulier vrai si les deux rayons, $r(v)$ et $r^*(m)$, sont égaux à r_a .

Pour une température θ_i donnée et une vitesse de refroidissement donnée, sur la figure 4-13, en fonction de la différence $(\theta_i - \theta)$, nous avons représenté la variation du nombre de sauts m effectués entre les températures θ_i et θ au cours du refroidissement.

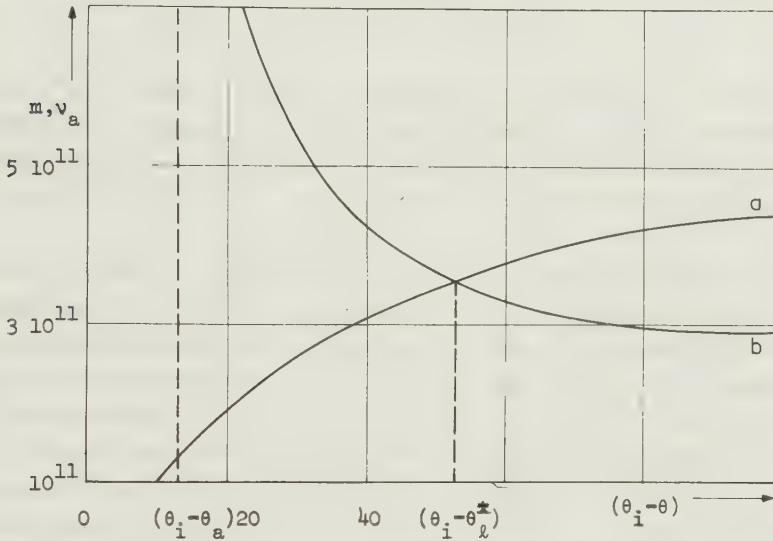


Fig. 4-13 - Variations des nombres de sauts m et v_a (courbes a et b) en fonction de la différence de températures $(\theta_i - \theta)$ pour une température initiale θ_i donnée, égale à 320°C et une vitesse de refroidissement égale à 400°C/h .

De même pour chaque valeur θ de la température, après une trempe à vitesse infinie depuis la même température θ_i , nous pouvons déterminer le nombre v_a de sauts que doivent effectuer les lacunes pour que le rayon $r(v)$ des boucles soit égal à r_a :

$$r(v_a) = r_a = r_a \frac{(C_i - C_\theta)}{\Delta C_a} \left[1 - \exp - \left(\frac{v_a}{\bar{n}_{sb}} \right) \right] \quad (4-9)$$

La courbe qui représente les variations du nombre v_a de sauts en fonction de la différence $(\theta_i - \theta)$ est de même représentée sur le graphique précédent (fig. 4-13). Nous remarquons que v_a prend une valeur infinie pour θ égal à la température θ_a d'apparition des alignements au cours du maintien à la température finale θ_f après un refroidissement.

Dans le cas où les deux courbes se coupent, nous appellerons θ_{ℓ}^* la valeur de la température θ correspondant à l'intersection de ces deux courbes, lorsque la vitesse de refroidissement est de 400°C/h .

Pour toute température θ comprise entre θ_a et θ_{ℓ}^* le nombre m de sauts effectués au cours du refroidissement est inférieur au nombre v_a de sauts, le rayon $r^*(m)$ est alors plus petit que r_a et la température θ considérée est située dans la zone 2.

En revanche lorsque m est supérieur à v_a , θ étant inférieur à θ_{ℓ}^* , nous ne pouvons pas déterminer si le rayon des boucles r^* obtenu est supérieur ou inférieur à la valeur r_a ; cependant on peut supposer que la température θ est située dans la zone 3 lorsque m est grand devant v_a .

Le raisonnement précédent est valable uniquement si la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ est inférieure à 1500 cm cm^{-3} ; en remarquant que pour une sursaturation égale à 24, à 190°C après refroidissement depuis 290°C , la densité des alignements visibles est égale à 1500 cm cm^{-3} , il semble que l'on puisse considérer que la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ est inférieure à cette valeur tant que la sursaturation S est inférieure à une valeur de l'ordre de 12 ; sur la fig. 4-1 nous avons représenté les courbes pour lesquelles la sursaturation S est constante. Pour des valeurs de la température θ telles que la sursaturation est supérieure à 12, il semble peu probable que les alignements puissent beaucoup croître car la vitesse de migration des lacunes est alors trop faible.

Nous nous proposons maintenant de tracer la courbe représentant les variations de θ_{ℓ}^* en fonction de la température initiale θ_i dans un diagramme ayant pour ordonnée θ_i et pour abscisse $(\theta_i - \theta)$.

Dans un diagramme identique, nous avons représenté les courbes pour lesquelles le nombre m de sauts effectués est constant au cours de refroidissement à la vitesse de 400°C/h (fig. 4-4).

Nous avons de même représenté les courbes pour lesquelles la différence de concentration ΔC , égale à $C_i - C_0$, est constante (fig. 4-1). Les courbes pour lesquelles la différence ΔC est constante correspondent à des courbes à nombre v_a de sauts constant suivant la relation [4-9]. La correspondance entre les valeurs de

($C_i - C_\theta$) et de v_a est indiquée au Tableau 4-8.

$\frac{C_i - C_\theta}{\Delta C_a}$	1	1,5	2	3	4	5	6
$\frac{v_a}{\bar{n}_{sb}}$	∞	1,10	0,69	0,40	0,29	0,22	0,18

T A B L E A U 4-8

En comparant les figures 4.1 et 4.4, compte-tenu du tableau précédent, on obtient la valeur de la température θ_ℓ^* correspondant à chaque température initiale θ_i lorsque les nombres de sauts m et v_a sont égaux. Dans un diagramme ayant pour ordonnée θ_i et pour abscisse $(\theta_i - \theta)$ nous avons représenté la courbe de variation de la température θ_ℓ^* et nous avons rappelé les limites entre, respectivement, les zones 1 et 2 et les zones 2 et 3 (fig. 4-14 a). On constate que les résultats de ce calcul sont en accord avec les résultats expérimentaux : pour une température initiale θ_i donnée, toute température θ comprise entre les températures θ_a et θ_ℓ^* est située dans la zone 2 et les températures θ inférieures à θ_ℓ^* pour lesquelles m est grand devant v_a sont dans la zone 3.

Nous remarquerons que l'étendue des zones 2 et 3 dépend de la vitesse v de refroidissement puisque le nombre m de sauts est inversement proportionnel à la vitesse v (relation 4-1) : une augmentation de la vitesse diminue la température d'apparition de la zone 3 et inversement une diminution de la vitesse augmente la température d'apparition de la zone 3. Ainsi des cristaux refroidis à la vitesse de 4.10^4 °C/h depuis des températures initiales comprises entre 270 et 350°C présentent, à 20°C, un fond continu caractéristique de la zone 2, identique à celui obtenu sur le topogramme 3-7, le nombre m de sauts effectués à chaque température θ au cours du refroidissement est divisé par 100 et il est alors toujours inférieur au nombre de sauts correspondant v_a : la zone 3 n'existe pas pour des vitesses de refroidissement de 4.10^4 °C/h depuis des températures initiales inférieures à 350°C (fig. 4-14 b). En revanche on constate que la température d'apparition de la zone 3 augmente lorsqu'on refroidit des cristaux à la vitesse de 12°C/h depuis des températures initiales comprises entre 270 et 350°C ; sur le tableau 4-9 nous avons indiqué les températures d'apparition θ_a^{**} , déterminées expérimentalement au cours de refroidissements à la vitesse de 12°C/h depuis des températures initiales respectivement égales à 278, 292, 306 et 335°C.

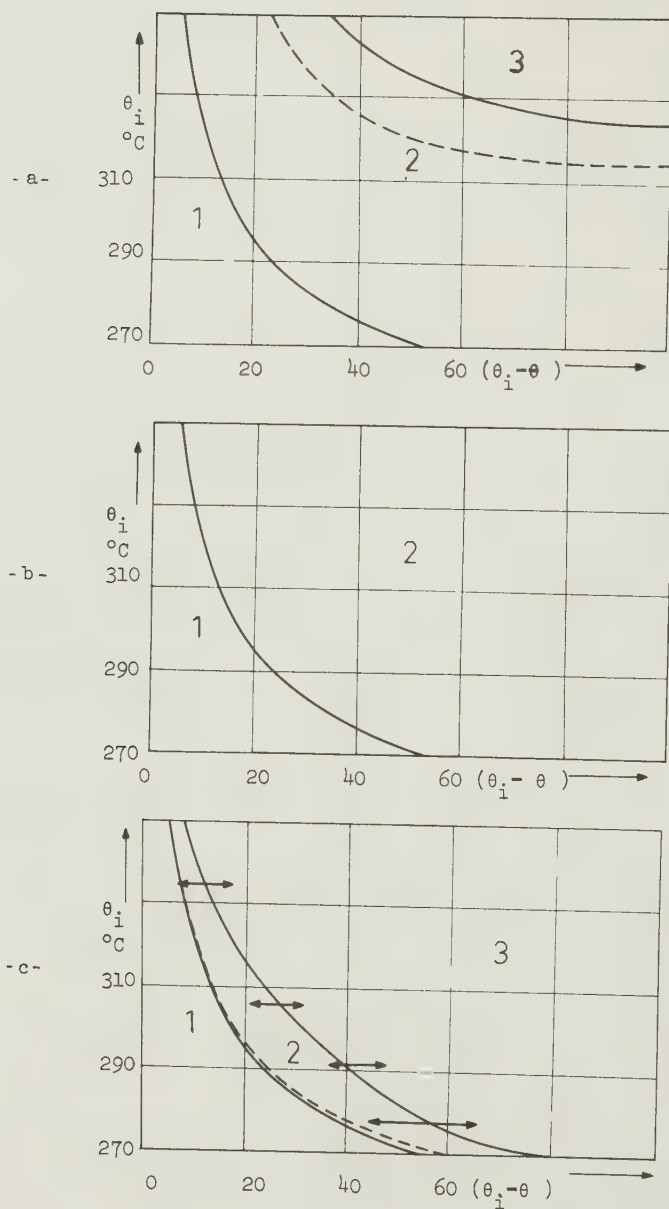


Fig. 4-14 - Correspondances entre les zones de températures 1, 2, 3 et le lieu des points représentant les températures θ_l^* (θ_l^{**}) pour lesquelles les nombres de sauts m et v_a sont égaux (courbes en tirets) pour des vitesses de refroidissement respectivement égales à 400 (a) $4 \cdot 10^4$ (b) et 12°C/h (c).

θ_i °C	278	292	306	335
θ_a^{**} °C	55 ± 10	42 ± 5	26 ± 5	12 ± 5

T A B L E A U 4-9

Sur un graphique ayant pour coordonnées θ_i et $(\theta_i - \theta)$ (fig. 4-14 c) nous avons représenté les points correspondants aux résultats expérimentaux précédents, la courbe qui les joint constitue la limite entre les zones 2 et 3 lorsque la vitesse de refroidissement est de 12°C/h ; nous avons de plus indiqué la courbe de variation de la température θ_l^{**} pour laquelle, au cours de ces refroidissements, les nombres de sauts m et v_a sont égaux.

Sur les figures 4-14 a, b et c relatives à des vitesses de refroidissement respectivement égales à 400, 4.10^4 et 12°C/h, on constate que toute température θ supérieure à la température θ_l correspondante est située dans la zone 2, résultat en accord avec le calcul développé en considérant le nombre m de sauts effectués au cours des refroidissements.

4.5.4 - Zone 3.

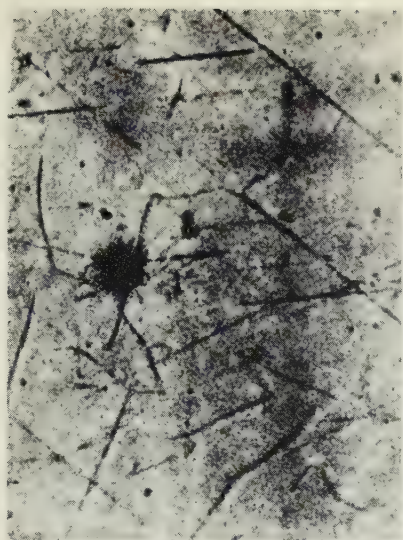
Au cours des refroidissements pour lesquels la température finale θ_f est située dans la zone 3, des lacunes sont éliminées sur la surface extérieure et sur les premiers alignements nucléés. La sursaturation critique S_c pour activer des sources de Bardeen et Herring de longueur L_c faible n'est alors pas atteinte ou seulement atteinte à une température trop basse pour donner lieu à une nucléation de boucles (paragraphe 4.4.4.4), la densité L_{fn} des alignements nucléés tend vers une limite indépendante de la température finale θ_f pour une température θ_i donnée. La différence $(C_i - C_f)$ de concentrations de lacunes entre les températures θ_i et θ_f tendant aussi vers une limite, la densité L_{fv} des alignements visibles devient indépendante de la température finale pour une température initiale donnée. Ainsi, après des refroidissements à la vitesse de 400°C/h depuis 345° C, la densité L_{fv} tend vers une limite égale à 1000 cm^{-3} , partie en tirets de la figure 3-5.

Les premiers alignements nucléés au cours du refroidissement ont des boucles de rayon important car ils se développent principalement lorsque la densité des alignements est faible ; lorsque la température finale est suffisamment élevée, la valeur finale $r_{fmax}^{(\infty)}$ du rayon de ces boucles peut être atteinte en un temps limité et elle est alors indépendante de la température θ_f , partie en tirets de la figure 3-6 -. On remarque que le rayon $r_{fmax}^{(\infty)}$, égal à 100 μm après un refroidissement depuis 345° C, est du même ordre que la valeur prévue $\frac{r_a}{\Delta C_a} C_i$, égale dans ce cas à 120 μm (relation 4-8). Le rayon final des alignements nucléés ultérieurement au cours du refroidissement ont des valeurs plus faibles car leur croissance a lieu lorsque la densité des alignements est plus élevée et après l'élimination de lacunes sur d'autres puits, premiers alignements et surface. Ainsi à l'intersection d'un alignement nucléé en premier et d'un autre nucléé ultérieurement, on remarque parfois que les boucles de ce dernier ne présentent pas de croissance secondaire au niveau de l'intersection, par exemple, sur le topogramme 3-10 à l'intersection de l'alignement 1 nucléé en premier et de l'alignement 6 nucléé ultérieurement. De même on remarque que les boucles situées près de la surface ont un rayon plus faible.

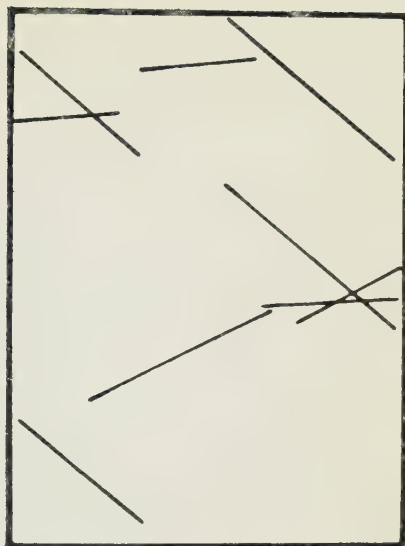
4.6 - TRANSFORMATION DES ALIGNEMENTS.

Les boucles des alignements sont soumises à un champ de contraintes internes de la part des autres boucles, des dislocations courbes et de la surface. Lorsque la température est suffisamment élevée, elles peuvent se déplacer sous l'action de ce champ de contraintes car les dislocations se désancrent plus facilement et, la mobilité des lacunes augmentant avec la température, elles peuvent monter plus rapidement. Ainsi nous avons constaté que la transformation des alignements en une configuration de dislocations courbes est d'autant plus rapide que la température est plus élevée.

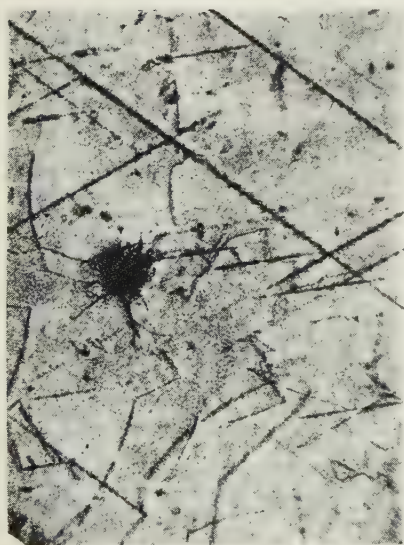
Au cours de refroidissements à vitesse lente, les boucles des alignements peuvent croître et interagir et le degré de transformation d'un alignement est d'autant plus important qu'il a été nucléé à une température plus élevée. Ainsi, sur les topogrammes 4-3 et 4-4 réalisés à 20° C, sur le cristal B, après des refroidissements à la vitesse de 12° C par heure depuis des températures initiales respectivement égales à 278 et 292° C, on constate que, suivant la température initiale, des alignements se présentent soit sous forme de dislocations enchevêtrées, soit sous forme de "segments" de dislocations.



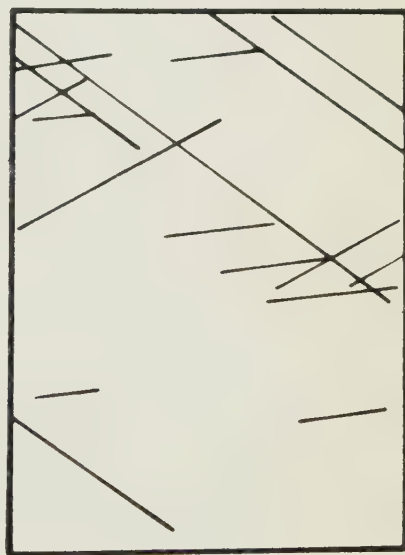
$[011]$
 $[10\bar{1}]$
 $[\bar{1}10]$



topogramme 4-3 : topogramme $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisé sur le monocristal d'aluminium B après un refroidissement à la vitesse de 12°C/h depuis 278°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 20°C ($\times 20$).



$[011]$
 $[10\bar{1}]$
 $[\bar{1}10]$



topogramme 4-4 : topogramme $(1\bar{1}\bar{1})$ réalisé sur le monocristal d'aluminium B après un refroidissement à la vitesse de 12°C/h depuis 292°C jusqu'à la température finale θ_f égale à 20°C ($\times 20$).

CHAPITRE 5

CONCLUSION

La conjugaison de deux techniques, d'une part la préparation de monocristaux métalliques à faible densité de dislocations et d'autre part l'observation des dislocations par topographie aux rayons X, a permis de suivre à la fois le déplacement des dislocations originelles et l'apparition et l'évolution de dislocations nouvelles au cours de refroidissements de cristaux d'aluminium de 800 μm d'épaisseur.

Les cristaux d'aluminium, de densité initiale de dislocations $N_i = 100 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$ ont été refroidis à la vitesse de 400°C/h depuis une température initiale θ_i , variant de 270 à 350°C, jusqu'à une température finale θ_f , pouvant aller jusqu'à la température ordinaire, puis maintenus à cette température :

(1) si l'écart de températures ($\theta_i - \theta_f$) est faible, au plus 6°C pour $\theta_i = 345^\circ\text{C}$ et 36°C pour $\theta_i = 274^\circ\text{C}$, on note seulement le déplacement par montée et par glissement, de la plupart des dislocations originelles ; certaines disparaissent même à la surface de l'échantillon.

(2) pour une certaine température critique θ_a , fonction de la température initiale θ_i , il apparaît des alignements de boucles prismatiques coaxiales très serrées au bout d'un temps long au cours du maintien à température finale θ_f ; on trouve que la densité de ces alignements reste pratiquement constante quand la température initiale varie, $L_{fa} \approx 150 \pm 100 \text{ cm cm}^{-3}$, le rayon d'apparition r_a des boucles en topographie aux rayons X ayant été estimé à 15 μm .

(3) pour une température finale θ_f plus basse, les alignements apparaissent avec une densité d'autant plus élevée que la température finale θ_f est plus basse ; dans les mêmes conditions la valeur maximale du rayon des boucles des alignements au bout d'un temps suffisamment long croît si la température initiale θ_i est élevée, elle passe par une valeur maximale puis décroît si la température initiale est faible.

(4) si la température finale θ_f continue à diminuer, pour des températures initiales suffisamment élevées, les alignements apparaissent au cours de la variation de la température ; on trouve que la densité des alignements visibles et que le rayon maximal des boucles gardent des valeurs constantes quand la température

finale θ_f varie, la température initiale étant toujours la même.

Les alignements de boucles qui constituent la nouvelle configuration des dislocations possèdent les caractéristiques suivantes :

- (i) les alignements apparaissent toujours en même position dans le cristal.
- (ii) il existe des alignements longs qui vont d'une face à l'autre du cristal et aussi des alignements courts qui se terminent à l'intérieur du cristal.
- (iii) le rayon des boucles peut soit demeurer constant, soit varier le long de l'alignement ; la première circonstance ne se rencontre que pour certains alignements longs ; la variation du rayon des boucles est limitée aux régions voisines de la surface pour les alignements longs ; elle est limitée à ses extrémités pour les alignements courts ; le croisement avec un alignement ou encore avec une dislocation originelle peut amener une variation locale du rayon.
- (iiii) l'espacement entre les boucles est proportionnel au rayon des boucles : le coefficient de proportionnalité est égal à 1 pour les alignements longs et à $2,5 \pm 0,8$ pour les alignements courts.

Après le développement des alignements, au bout d'un temps suffisamment long et pour une température finale supérieure à 180°C , les alignements se transforment en une configuration de dislocations courbes ; le temps nécessaire à cette transformation est d'autant moins long que la température θ_f est plus élevée.

Les sources des alignements décrits précédemment sont vraisemblablement des sources de Bardeen et Herring constituées par des dislocations d'interface entre la matrice et des particules ou des précipités incohérents, trop petits pour être décelés par la topographie aux rayons X ; ces particules pourraient être de l'alumine, leur densité n'excéderait pas quelques unités par mm^3 et la longueur de segments des dislocations sources ne dépasserait pas $0,3 \mu\text{m}$.

L'hypothèse précédente quant à la nature des sources des alignements de boucles se trouve corroborée par les observations suivantes :

- (i) les alignements apparaissent toujours en même position quelles que soient les températures initiale et finale.

(ii) il existe des alignements longs et des alignements courts.

(iii) les boucles prismatiques sont dues à l'absorption de lacunes, en effet elles croissent en présence d'une sursaturation de lacunes et elles décroissent dans le cas contraire.

Ces trois observations ne peuvent pas être expliquées dans le cadre des autres hypothèses émises quant à la nature des sources des alignements : particules ayant un coefficient de dilatation différent de celui de la matrice, dislocations vis ou boucles de glissements ancrées par une impureté.

(iiii) les observations complémentaires effectuées sur les mêmes cristaux au cours d'élévations de la température ont montré que des alignements de boucles apparaissent encore aux mêmes positions ; notons qu'il s'agit de boucles prismatiques dues à l'agglomération d'atomes interstitiels.

Au cours du refroidissement et du maintien en température, le cristal se trouve sursaturé en lacunes et les lacunes en excès iront disparaître à la surface de l'échantillon, sur des dislocations originelles ou encore sur les alignements de boucles dès que ceux-ci auront pris naissance. Il a été montré à partir d'un modèle simplifié que le rayon final des boucles est proportionnel à l'excès de concentration de lacunes $r_{fmax}(\infty) = K \Delta C = K (C(\theta_i) - C(\theta_f))$; la valeur du coefficient de proportionnalité K ne dépend ni de la température initiale θ_i , ni de la température finale θ_f ; en revanche il dépend de l'épaisseur du cristal, du type de l'alignement long ou court, et de la valeur de la somme de la densité des alignements qui ont pris naissance L_{fn} et de la densité des dislocations originelles N_i , soit $(L_{fn} + N_i)$; K reste constant si la densité totale $(L_{fn} + N_i)$ est inférieure à 1500 cm^{-3} , puis K décroît au-delà de cette valeur limite.

La relation précédente prévoit que les alignements de boucles apparaîtront sur les topogrammes avec un rayon $r = r_a = 15 \text{ } \mu\text{m}$, pour une valeur bien déterminée de l'excès de la concentration en lacunes : l'expérience vérifie exactement cette conclusion, les valeurs de la température d'apparition θ_a mesurées correspondent à $C(\theta_i) - C(\theta_a) = (1,0 \pm 0,1) 10^{-6}$ quelle que soit la température initiale θ_i . Deux observations complémentaires ont encore montré la vraisemblance du modèle :

(i) la température d'apparition des alignements θ_a est diminuée si la densité des

dislocations originelles N_i est augmentée au-delà d'une certaine valeur limite.

(ii) au cours d'une élévation de la température des alignements n'apparaissent qu'à partir d'une certaine valeur de l'écart de température $(\theta'_a - \theta_i)$; l'expérience montre que l'on a $C(\theta'_a) - C(\theta_i) = (1,0 \pm 0,1) 10^{-6}$ quelle que soit la température θ_i .

Le modèle proposé permet encore d'expliquer les variations de la densité des alignements visibles et du rayon des boucles en fonction des différentes conditions expérimentales : température initiale θ_i , température finale θ_f , épaisseur du cristal, vitesse de refroidissement, densité des dislocations originelles.

Une amélioration des techniques existantes, en particulier l'utilisation de sources de rayons X plus puissantes et de détections plus sensibles, permettra certainement de mieux suivre les différentes étapes de l'apparition, de l'évolution et de la transformation des alignements de boucles, d'en déterminer la cinétique et d'apporter ainsi des éléments nouveaux conduisant à une approche plus fine du modèle théorique. L'observation des échantillons au microscope électronique à très haute tension décèlera probablement la présence des particules et fournira ainsi un moyen de contrôle des échantillons en fonction du mode de préparation. Enfin, l'observation des figures thermiques qui apparaissent à la surface des échantillons chauffés ou refroidis devra être corrélée avec les résultats de l'observation par topographie aux rayons X.

L'étude précédente de la densité et de la configuration des dislocations dans un cristal soumis à des variations de température gagnera à être étendue à d'autres métaux et en particulier aux métaux hexagonaux pour lesquels il sera intéressant de préciser les caractéristiques des dislocations à grande échelle.

A N N E X E

Nous nous proposons de résoudre l'équation différentielle :

$$\frac{\partial C(\rho, t)}{\partial t} = D \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\rho \frac{\partial C(\rho, t)}{\partial \rho} \right)$$

avec les conditions aux limites :

$$C(r, t) = C_f \quad (6-1)$$

$$C(R, t) = C_f \quad (6-2)$$

$$\text{et } C(\rho, 0) = C_i \quad (6-3)$$

La solution est (CRANK, 1957) :

$$C(\rho, t) = C_f + (C_i - C_f) \pi \sum_{n=1}^{\infty} \frac{J_0(r\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n) + J_0(R\lambda_n)} (J_0(\rho\lambda_n) Y_0(R\lambda_n) - Y_0(\rho\lambda_n) J_0(R\lambda_n)) \exp -(D\lambda_n^2 t)$$

Cette solution satisfait les conditions aux limites (6-2) et (6-3) et la condition (6-1) impose :

$$J_0(r\lambda_n) Y_0(R\lambda_n) - Y_0(r\lambda_n) J_0(R\lambda_n) = 0$$

où J_n et Y_n sont les fonctions de Bessel de première et deuxième espèces d'ordre n .

Le nombre de lacunes Q_{sb} absorbées sur le cylindre extérieur par unité de longueur entre les instants initial et t est donné par la relation :

$$Q_{sb} = \frac{2\pi R}{a^3/4} \int_0^t -D \left(\frac{\partial C}{\partial \rho} \right)_{\rho=R} dt$$

d'où :

$$Q_{sb}(t) = \frac{2\pi R}{a^3/4} (C_i - C_f) \pi \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\lambda_n} \frac{J_0(r\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n) + J_0(R\lambda_n)} \{ J_1(R\lambda_n) Y_0(R\lambda_n) - Y_1(R\lambda_n) J_0(R\lambda_n) \} \\ \{ 1 - \exp -(D\lambda_n^2 t) \}$$

$$\text{or } J_1(R\lambda_n) Y_0(R\lambda_n) - Y_1(R\lambda_n) J_0(R\lambda_n) = \frac{2}{\pi R\lambda_n} \quad (\text{Handbook of Mathematical functions, 1965})$$

d'où
$$Q_{sb}(t) = \frac{4\pi}{a^3/4} (C_i - C_f) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\lambda_n^2} \frac{1}{1 + \frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}} \{1 - \exp - (D\lambda_n^2 t)\}$$

au bout d'un temps t infini, nous avons :

$$Q_{sb}(\infty) = \frac{4\pi}{a^3/4} (C_i - C_f) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\lambda_n^2} \frac{1}{1 + \frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}}$$

Pour trois valeurs du rapport $\frac{R}{r}$ 2,5 , 5 et 10, les cinq premiers termes de la somme ont été calculés au Tableau 6-1 et reportés au Tableau 6-2.

La somme des termes suivants a été obtenue (Tableau 6-2) en remarquant que la quantité $\lambda_n r$ est donnée avec une bonne approximation par :

$$\lambda_n r \approx \frac{n\pi}{\frac{R}{r} - 1}$$

et en constatant que le rapport $\frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}$ est de la forme $(-1)^n A$ pour $n \geq 4$ (voir Tableau 6-1).

Nous avons de plus indiqué, sur le tableau 6-2 :

- la valeur de la sommation pour n prenant toutes les valeurs entières de 1 à l'infini,
- le rapport $\frac{Q_{sb}(\infty)}{Q_{total}}$ où Q_{total} représente le nombre de lacunes en sursaturation à l'instant initial,
- le rapport $\frac{M'_{sb}(\infty)}{Q_{total}}$ où $M'_{sb}(\infty)$ représente le nombre de lacunes éliminées sur le cylindre intérieur au bout d'un temps infini,
- le rayon ρ_0 tel que l'on ait la relation :

$$\pi \rho_0^2 = \frac{M'_{sb}(\infty)}{Q_{total}} \pi (R^2 - r^2) \quad \text{pour } R \text{ égal à } \frac{l}{2}$$

On constate que le premier terme de la sommation représente 75% environ de la somme totale ; l'élimination des lacunes est alors contrôlée par la constante de temps

$$\tau_{sb} = \frac{(R-r)^2}{\pi^2 D}$$

On a, avec une bonne approximation : $M'_{sb}(t) \approx \pi \rho_o^2 \frac{C_i - C_f}{a^3/4} \left(1 - \exp -\left(\frac{t}{\tau_{sb}}\right) \right)$

et le nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ au bout duquel 65% environ des lacunes sont éliminées est donné par la relation :

$$\bar{n}_{sb} = n \tau_{sb} = \frac{Z}{\pi^2 a^2} (R-r)^2$$

le nombre moyen de sauts $\bar{n}_{sb}$ ne dépend que de paramètres géométriques.

$$\frac{R}{r} = 2,5$$

n	$r\lambda_n$	$\frac{n\pi}{\frac{R}{r} - 1}$	$\frac{1}{(r\lambda_n)^2}$	$J_0(r\lambda_n)$	$J_0(R\lambda_n)$	$\frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}$	$\frac{1}{1 + \frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}}$	$\frac{1}{\lambda^{\frac{1}{n}} \frac{1}{1 + \frac{J_0(R\lambda_n)}{J_0(r\lambda_n)}}$
1	2,073	2,094	0,2327	0,184	- 0,117	- 0,636	2,75	0,640r ²
2	4,177	4,188	0,0573	- 0,379	- 0,241	0,636	0,61	0,035r ²
3	6,275	6,282	0,0254	0,219	- 0,138	- 0,631	2,71	0,068r ²
4	8,372	8,376	0,0143	0,077	0,0483	0,623	0,61	0,008 r ²
5	10,47	10,47	0,0091	- 0,238	0,151	- 0,633	2,70	0,025 r ²

$$\frac{R}{r} = 10$$

1	0,3314	0,3490	9,107	0,968	- 0,346	- 0,358	1,56	14,21 r ²
2	0,6858	0,6981	2,126	0,880	0,296	0,336	0,749	1,59 r ²
3	1,038	1,047	0,929	0,742	- 0,244	- 0,329	1,49	1,38 r ²
4	1,389	1,396	0,518	0,568	0,185	0,326	0,754	0,39 r ²
5	1,739	1,745	0,331	0,375	- 0,111	- 0,338	1,47	0,49 r ²

$$\frac{R}{r} = 50$$

1	0,05768	0,06411	300,57	0,999	- 0,217	- 0,217	1,28	384,7 r ²
2	0,1227	0,1282	66,40	0,996	0,187	0,188	0,842	55,9 r ²
3	0,1875	0,1923	28,44	0,991	- 0,173	- 0,175	1,21	34,4 r ²
4	0,2521	0,2565	15,74	0,984	0,164	0,167	0,857	13,5 r ²
5	0,3167	0,3206	9,97	0,976	- 0,158	- 0,162	1,19	11,9 r ²

T A B L E A U 6-1

$\frac{R}{r}$	$n=1$	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=5$	$\sum_{n=1}^{\infty}$	$\sum_{n=5}^{\infty}$	$\sum_{n=1}^{\infty}$	$\frac{Q_{sb}^{(\infty)}}{Q_{total}}$	$\frac{M'_{sb}^{(\infty)}}{Q_{total}}$	θ_0
2,5	$0,640 r^2$	$0,035 r^2$	$0,069 r^2$	$0,008 r^2$	$0,025 r^2$	$0,777 r^2$	$0,072 r^2$	$0,849 r^2$	0,64	0,36	$\frac{2}{3,6}$
10	$14,21 r^2$	$1,59 r^2$	$1,38 r^2$	$0,39 r^2$	$0,49 r^2$	$18,06 r^2$	$2,7 r^2$	$20,76 r^2$	0,83	0,17	$\frac{2}{4,9}$
50	$384,7 r^2$	$55,9 r^2$	$34,4 r^2$	$13,5 r^2$	$11,9 r^2$	$500,4 r^2$	$52,5 r^2$	$552,9 r^2$	0,87	0,13	$\frac{2}{5,6}$

T A B L E A U 6-2

B I B L I O G R A P H I E

Références

- AMELINCKX S. et BONTINCK W., (1957), Acta Met., 5, 345
- ASHBY M.F. et JOHNSON L., (1969, Phil. Mag., 20, 1009
- AUTHIER A., ROGERS C.B. et LANG A.R., (1965), Phil. Mag., 12, 547
- AUTHIER A. Advances in X-rays Analysis, (1967), 10, Plenum Press
- BARBER C.R., HARVEY R. et MITCHELL J.N., (1957), Phil. Mag., 2, 704
- BARDEEN J. et HERRING C. Imperfections in nearly perfect crystals, 1952, New-York
- BARNES R.S. et MAZEY D.J., (1963), Acta Met., 11, 281
- BARRET C.S., (1945), Trans. A.I.M.E., 161, 15
- BASU B.K. et ELBAUM C., (1964), Phil. Mag., 9, 533
- BARTLETT J.T. et MITCHELL J.N., (1958), Phil. Mag., 3, 334
- BAUDELET B. et CHAMPIER G., (1969), C. R. A. S., 268, 1194
- BAUDELET B., G'SELL C. et CHAMPIER G., (1969), Int. Conf., Haïfa
- BAUDELET B. et CHAMPIER G., (1969), J. Phys., 30, 999
- BECKER C. et PEGEL B., (1969), Phys. Stat. Sol. 32, 443
- BERG W., (1931), Naturw., 19, 391
- BERTOCCI U., BERTOCCI C. et YOUNG F.W., (1969), J. Appl. Phys., 40, 1674
- BONTINCK W., (1957), Phil. Mag., 2, 561
- BORRMANN G. et HILDEBRANDT G., (1956), Z. Naturforsch, 11 a, 585
- BORRMANN G., HARTWIG W. et IRMLER H., (1958), Z. Naturforsch, 13 a, 423
- BORRMANN G., (1959), Physik, Bl., 15, 508
- BRADSHAW F.J. et PEARSON S., (1956), Phil. Mag., 1, 812
- BULLOUGH R. et NEWMAN R.C., (1960), Phil. Mag., 5, 921
- CHAMPIER G. et BAUDELET B., (1968), Revue Phys. Appl., 3, 311
- CLAREBOUGH L.M., MICHELL D. et SMITH A.P., (1967), Phys. Stat. Sol., 21, 369

DE SORBO W. et TURNBULL D., (1957), Bull. Am. Phys. Soc., 11, 262

DE SORBO W. et TURNBULL D., (1959), Acta Met., 7, 83

DETERT K. et STANDER I., (1961), Z. Metalk., 52, 677

DI PERSIO J., DOUKHAN J.C. et SAADA G., (1970), en publication

DOHERTY P.E. et DAVIS R.S., (1959), Acta Met., 7, 118

DOHERTY P.E. et DAVIS R.S., (1963), J. Appl. Phys., 34, 619

DOYAMA M. et KOEHLER J.S., (1964), Phys. Rev., 134, 522

EMBURY J.D. et NICHOLSON R.B., (1962), J. Inst. Metals, 91, 119

FEDERIGHI T., (1965), Lattice defects in quenched metals - Academic Press - New-York

FOSS P. et HERBJØRNSSEN, (1966), Phil. Mag., 13, 945

FREMIOT M. et CHAMPIER G., (1967), C. R. A. S., 265, 1331

FREMIOT M., BAUDELET B. et CHAMPIER G., (1968), J. Cryst. Growth, 3, 4, 711

FREMIOT M. et CHAMPIER G., (1969), Int. Conf., Haifa

FREMIOT M., (1969), Thèse Nancy.

FROMAGEAU R. et REVEL G., (1968), C. R. A. S., 266, 70

G'SELL C., FREMIOT M. et CHAMPIER G., (1970), Prakt. Met., 7, 39

GORMAN J.A., WOOK D.S. et VREELAND T., (1969), J. Appl. Phys., 40, 833

GROSSKREUTZ et McNEIL M B., (1967), Phil. Mag., 16, 401

HERBJØRNSSEN D.H. et ASTRUP T., (1969), Phil. Mag., 19, 693

JANOT C., BIANCHI G. et GEORGES B., (1968), C. R. A. S., 267, 336

JASPERSE J.R. et DOHERTY P.E., (1964), Phil. Mag., 13, 453

JONES D.A. et MITCHELL J.W., (1958), Phil. Mag., 3, 1

KANNAN V.C. et THOMAS G., (1966), J. Appl. Phys., 37, 2363

KINO T., KABEMOTO et YOSHIDA S., (1963), J. Phys. Soc. Japan, 18, 85

KIRITANI M. et YOSHIDA S., (1963), J. Phys. Soc. Japan, 915

LALLY J.S. et PARTRIDGE P.G., (1962), Proc. Fifth Int. Cong. Electron Microscopie
J. 12 - Academic Press - New-York

LALLY J.S. et PARTRIDGE P.G., (1966), Phil. Mag., 13, 9

LANG A.R., (1957), Acta Met., 5, 358

LANG A.R., (1958), J. Appl. Phys., 29, 597
 LANG A.R., (1959), Acta Cryst., 12, 249
 LANG A.R., (1959), J. Appl. Phys., 30, 1748.
 LANG A.R. et MEYRICK G., (1959), Phil. Mag., 4, 878
 LANG A.R. et POLCAROVA M., (1965), Proc. Roy. Soc., A 285, 297
 LAWLEY A. et GAIGHER H.L., (1963), Phil. Mag., 8, 1713
 LOHNE O. et NØST B., (1967), Phil. Mag., 16, 341
 LOHNE O. et NØST B., (1969), Phys. Stat. Sol., 36, 195
 LUNDY T.S. et MURDOCK J.F., (1962), J. Appl. Phys., 33, 1671
 McFARLANE S.H. et ELBAUM C., (1967), J. Appl. Phys., 38, 2024
 MERLINI A. et YOUNG F.W., (1966), J. Phys. C3, 27, 219
 MICHELL D. et OLGIVIE G.J., (1966), Phys. Stat. Sol., 15, 83
 MITCHELL J.M., (1962), J. Appl. Phys., 33, 406
 NES E. et NØST B., (1966), Phil. Mag., 13, 855
 NEWKIRK J., (1958), Phys. Rev., 110, 1465
 NEWKIRK J., (1959), Trans. A.I.M.E., 215, 483
 NICHOLSON R.B., (1962), J. Phys. et Radium, 23, 284
 NØST B., (1965), Phil. Mag., 11, 183
 NØST B. et NES E., (1969), Acta Met., 17, 13
 NØST B. et SØRENSEN G., (1966), Phil. Mag., 13, 1075
 NØST B., SØRENSEN G. et NES E., (1967), J. Cryst. Growth, 1, 149
 PANSERI E. et FEDERIGHI T., (1958), Phil. Mag., 3, 1223
 PARASNIS A. et MITCHELL J.W., (1959), Phil. Mag., 4, 171
 PEGEL B. et BECKER C., (1969), Phys. Stat. Sol., 35, 157
 PFANN W.G., (1958), Zone Melting, J. Wiley, New-York
 POPE D.P., VREELAND T. et WOOD D.S., (1967), J. Appl. Phys., 38, 4011
 REED R.E., GUBERMAN H.D. et BALDWIN T.O., (1967), Proc. Int. Conf. Cryst. Growth, 829
 ROZHANSKII V.N., PREDVODITELEV A.A. et INDENBOM V.L., (1967), Soviet Phys. Solid. State, 9, 593

SEIDMAN D.N. et BALLUFFI R.W., (1965), Phys. Rev., 139, 1824

SHETTY M.N. et TAYLOR J.B., (1968), J. Appl. Phys., 39, 5145

SHETTY M.N., TAYLOR J.B. et DESPAULT J.G., (1969), J. Appl. Phys., 40, 898

SHIMOMURA Y. et YOSHIDA S., (1967), J. Phys. Soc., Japan, 22, 319

SMALLMAN R.E. et EIKUM A., (1965), Lattice defects in quenched metals,
Academic Press, New-York

SPOKAS J.J. et SLICHTER C.P. (1959), Phys. Rev., 113, 1462

STOEBE T.G., GULLIVER R.D., OGURTANI T.O. et HUGGINS R.A., (1965), Acta Met.,
13, 701

STOEBE T.G. et DAWSON H.I., (1968), Phys. Rev., 166, 621

STOEBE T.G. et DAWSON H.I., (1969), Bull. Am. Phys. Soc., 11, 834

SWALIN R.A. et YIN C.A., (1967), Acta Met., 15, 245

TAKAKI H., KOYAMA M., TSUJII Y. et MAEDA S., (1967), Trans. Jap. Inst. Met.,
8, 195

VOLIN T.E. et BALLUFFI R.W., (1968), Phys. Stat. Sol., 25, 163

WESTMACOTT K.H., HULL D., BARNES R.S. et SMALLMAN R.E., (1959), Phil. Mag. 4, 1089

WINTERBERGER M., (1956), C.R.A.S., 242, 128

WITTELS M.C., SHERILL F.A. et YOUNG F.W., (1962), Appl. Phys. Letters, 1, 22

YOUNG F.W., (1967), Proc. Int. Conf. Crystal Growth, 789

YOUNG F.W. et SHERILL F.A., (1967), Canad. J. Phys., 45, 757

YOUNG F.W. et SHERILL F.A., (1967), Bull. Am. Phys. Soc., 12, 1072

ZAMBONI L. et FEDERIGHI T., (1963), non publié.

Ouvrages généraux

ADDA Y. et PHILIBERT J., La diffusion dans les solides, (1966), P.U.F.

CRANK, The mathematics of diffusion, (1957), Oxford at the Clarendon Press

FRIEDEL, Dislocations, (1964), Pergamon Press

HANDBOOK of mathematical functions, (1965), Abramowitz et Stegun

HIRTH J.P et LOTHE J., Theory of dislocations, (1968), McGraw-Hill
Book Company

QUERE Y., Défauts Ponctuels dans les métaux, (1967), Masson

NOM DE L'ETUDIANT : BAUDELET Bernard

Nature de la thèse : Doctorat ès Sciences Physiques

Vu, Approuvé

et Permis d'imprimer

NANCY, le 3 Février 1970

Le Doyen,



A handwritten signature in dark ink, consisting of a large, stylized 'J' followed by a horizontal line and some smaller, less distinct characters.

J. AUBRY

Cet exemplaire est imprimé
à des fins particulières et ne
peut en aucun cas être vendu.

Achévé d'imprimer le 7 février 1970 au laboratoire de Physique des solides de l'Ecole des Mines,
parc de Saurupt — 54 NANCY — Dépôt légal N° 1 — Faculté des Sciences Editeur —
1er trimestre 1970.

